



# Etude des liaisons entre éléments Nickel-Titane en vue d'élaboration de matériaux architecturés : réalisation, caractérisation, métallurgique et mécanique

Thanh Dung Do

## ► To cite this version:

Thanh Dung Do. Etude des liaisons entre éléments Nickel-Titane en vue d'élaboration de matériaux architecturés : réalisation, caractérisation, métallurgique et mécanique. Matériaux. Université de Grenoble, 2014. Français. NNT : 2014GRENI022 . tel-01292244

**HAL Id: tel-01292244**

**<https://theses.hal.science/tel-01292244>**

Submitted on 22 Mar 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Thanh Dung DO**

Thèse dirigée par **Denis FAVIER** et **Didier BOUVARD**

préparée au sein des **Laboratoires TIMC-IMAG et SIMAP**  
dans l'**École Doctorale I-MEP2**

## Étude des liaisons entre éléments Nickel-Titane en vue d'élaboration de matériaux architecturés: Réalisation, caractérisation, métallurgique et mécanique

Thèse soutenue publiquement le **17 Juin 2014**,  
devant le jury composé de :

**M. Hervé LOUCHE**

Professeur, Président

**M. Jean-Benoît LE CAM**

Professeur, Rapporteur

**M. Damien FABRÉGUE**

Maître de Conférences HDR, Rapporteur

**M. Denis FAVIER**

Professeur, Directeur de thèse

**M. Didier BOUVARD**

Professeur, Co-directeur de thèse



# Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein des laboratoires Techniques de l'Ingénierie Médicale et de la Complexité - Informatique, Mathématiques et Applications, Grenoble (TIMC-IMAG) et Laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMAP) sous la direction de Messieurs Denis FAVIER et Didier BOUVARD.

Je voudrais leur exprimer toute ma gratitude pour leur disponibilité constante, la confiance qu'ils m'ont accordée, les orientations judicieuses qu'ils m'ont proposées, les conseils avisés qu'ils m'ont donnés. Qu'ils reçoivent ici toute ma reconnaissance.

Je tiens à assurer de ma profonde gratitude Monsieur Hervé LOUCHE, Professeur à l'Université Montpellier 2, m'a fait l'honneur de présider le jury de ma thèse. Je le remercie vivement pour son précieux concours.

Mes remerciements vont également à Monsieur Jean-Benoît LE CAM, Professeur à l'Université de Rennes et Monsieur Damien FABRÉGUE, Maître de Conférences HDR à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon pour l'attention et l'intérêt qu'ils ont manifestés en acceptant d'être les rapporteurs de mon travail.

Je voudrais remercier le ministre de l'éducation et de la formation, et le gouvernement Vietnamien qui m'ont permis de réaliser cette thèse en me finançant pendant mes trois années d'étude en France.

Merci à l'équipe GPM2 qui a assuré le financement des derniers mois de ma thèse pour me permettre de la finir dans les meilleures conditions.

Le travail présenté dans ce manuscrit n'aurait pas abouti sans le soutien du projet de l'ANR ANiM. Je remercie toutes les personnes qui ont participé activement à ce programme de recherche et j'espère que ces différentes coopérations se poursuivront dans le futur.

Merci à tous les permanents et à tous mes collègues des laboratoires 3S-R, TIMC-IMAG et SIMAP pour la sympathie et l'amitié qu'ils ont exprimés à mon égard.

Je voudrais remercier mes amis vietnamiens présents en France avec qui j'ai vécu durant ces années et qui m'ont aidé à surmonter les difficultés lors de mon intégration en France.

Finalement, j'aimerais remercier profondément mes parents et ma grande famille qui m'ont stimulé et m'ont soutenu durant mon séjour en France.

# Table de matière

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1: BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>3</b>
<b>1.1. Introduction.....</b>	<b>3</b>
<b>1.2. Généralités sur l'AMF en TiNi.....</b>	<b>5</b>
1.2.1. Structure cristallographique et transformation martensitique de l'alliage TiNi .....	6
1.2.2. Comportement mécanique de l'alliage TiNi.....	8
1.2.3. Traitements thermomécaniques de l'alliage Ti-Ni .....	9
1.2.4. Bilan.....	11
<b>1.3. Matériaux architecturés .....</b>	<b>11</b>
1.3.1. Généralités .....	12
1.3.2. Types de matériaux architecturés.....	13
1.3.2.1. Polymères architecturés .....	14
1.3.2.2. Surfaces architecturées.....	15
1.3.2.3. Céramiques architecturées .....	16
1.3.2.4. Métaux architecturés .....	17
1.3.3. Bilan.....	19
<b>1.4. Bilan et enjeux.....</b>	<b>19</b>
<b>CHAPITRE 2: CREATION DE LIAISON PAR FRITTAGE.....</b>	<b>20</b>
<b>2.1. Introduction sur la liaison par frittage .....</b>	<b>21</b>
2.1.1. Généralités sur le frittage .....	21
2.1.1.1. Frittage en phase solide d'un matériau cristallin monophasé .....	24
2.1.1.2. Frittage avec phase liquide.....	25
2.1.2. Création de liaisons entre tubes ou fils par frittage.....	26
2.1.2.1. Procédés incluant des tubes .....	26



2.1.2.2.	Liaison entre fils par frittage.....	29
2.1.3.	Bilan.....	31
<b>2.2.</b>	<b>Description des essais.....</b>	<b>31</b>
2.2.1.	Matériaux et dispositifs expérimentaux.....	31
2.2.1.1.	Essai de frittage pour les tubes et fils.....	32
2.2.2.	Les problèmes rencontrés .....	35
2.2.2.1.	L'écartement entre tubes.....	35
2.2.2.2.	L'interaction entre Ti-Ni et les pièces en alumine.....	36
2.2.3.	Analyse de microstructure et composition.....	37
<b>2.3.</b>	<b>Résultats des essais de frittage entre tubes .....</b>	<b>40</b>
2.3.1.	L'influence des paramètres de frittage sur la liaison .....	40
2.3.2.	Observation des différentes phases par MEB .....	41
2.3.3.	Composition des différentes phases.....	43
2.3.4.	Analyses DSC .....	45
2.3.5.	Influence du traitement d'homogénéisation sur la transformation de phase .....	47
2.3.6.	Analyse de la transformation de phase pendant le frittage .....	50
2.3.7.	Analyse de l'évolution de la liaison durant le frittage .....	51
2.3.8.	Bilan.....	52
<b>2.4.</b>	<b>Expériences de liaison entre fils.....</b>	<b>53</b>
2.4.1.	Observation de la liaison des fils par MEB .....	53
2.4.2.	Composition de la zone de liaison entre fils .....	54
2.4.3.	Bilan.....	56
<b>2.5.</b>	<b>Conclusions.....</b>	<b>56</b>

## **CHAPITRE 3: PROCEDE DE FABRICATION LA LIAISON ENTRE TUBES PAR SOUDAGE..... 57**

<b>3.1.</b>	<b>Introduction sur la liaison par soudage .....</b>	<b>57</b>
3.1.1.	Généralités sur le soudage .....	57
3.1.2.	Facteurs qui influent sur le noyau de soudure .....	59
3.1.2.1.	L'influence de l'énergie de soudage.....	59
3.1.2.2.	L'influence de la pression de soudage.....	60
3.1.2.3.	L'influence du nombre de séquences de soudage.....	61

3.1.2.4.	L'influence d'autres facteurs .....	62
3.1.3.	Le soudage de l'alliage Nickel-Titane .....	63
3.1.3.1.	Le soudage de fils .....	63
3.1.3.2.	Le soudage de tubes .....	64
3.1.4.	Bilan.....	66
<b>3.2.</b>	<b>Présentation des expériences de soudage.....</b>	<b>67</b>
3.2.1.	Machine de soudage.....	67
3.2.2.	Matériaux et préparation des échantillons .....	68
3.2.3.	Premiers essais de soudage .....	69
3.2.4.	Résolution des problèmes rencontrés.....	71
<b>3.3.</b>	<b>Caractérisation mécanique .....</b>	<b>73</b>
3.3.1.	Essais de traction.....	73
3.3.2.	Mesures de dureté .....	74
<b>3.4.</b>	<b>Conclusions.....</b>	<b>75</b>
 <b>CHAPITRE 4: INFLUENCE DES PARAMETRES DE SOUDAGE SUR LES PROPRIETES MECANQUES ET METALLURGIQUES DE LA LIAISON ENTRE TUBES .....</b>		
		<b>76</b>
<b>4.1.</b>	<b>Influence des traitements de vieillissement.....</b>	<b>76</b>
4.1.1.	Influence du traitement de vieillissement sur la résistance mécanique de la liaison ....	77
4.1.2.	Influence du traitement de vieillissement sur la transformation de phase. ....	79
<b>4.2.</b>	<b>Caractérisation de la liaison soudée entre tubes .....</b>	<b>83</b>
4.2.1.	La liaison et sa dimension.....	83
4.2.2.	Les propriétés métallurgiques de la liaison soudée.....	85
4.2.2.1.	Microstructure de la liaison soudée .....	86
4.2.2.2.	Composition de la liaison soudée .....	90
4.2.3.	Les propriétés mécaniques de la liaison soudée .....	91
4.2.3.1.	Résistance en traction de la liaison soudée .....	91
4.2.3.2.	Mesure de dureté au voisinage de la liaison soudée .....	92
4.2.4.	Conclusions.....	94

<b>4.3. Influence des paramètres « énergie » définissant le soudage sur les propriétés de la liaison soudée.....</b>	<b>95</b>
4.3.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	95
4.3.2. Effet de l'énergie de soudage sur la microstructure .....	97
4.3.3. Effet de l'énergie de soudage sur la dureté .....	98
4.3.4. Discussion .....	100
<b>4.4. Influence des paramètres de soudage sur les propriétés de la liaison soudée .....</b>	<b>102</b>
4.4.1. Influence de la force de contact .....	102
4.4.4.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	102
4.4.4.2. Influence sur la dureté.....	103
4.4.2. Influence du nombre de passes de soudage .....	105
4.4.2.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	105
4.4.2.2. Effet sur les mesures de dureté .....	105
<b>4.5. Conclusions.....</b>	<b>106</b>
<b>CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>108</b>
<b>REFERENCES.....</b>	<b>112</b>

# Introduction Générale

Les alliages à mémoire de forme (AMF), en particulier les alliages nickel-titane équiatomiques, possèdent des propriétés thermomécaniques remarquables. Ainsi ils peuvent récupérer intégralement, par simple chauffage, une déformation apparemment plastique. Ils présentent un comportement superélastique leur permettant de subir des allongements importants sans déformation permanente. Ces propriétés sont liées à une transformation martensitique réversible induite par une variation de température et/ou l'application d'une contrainte mécanique (Otsuka and Ren, 2005). Ces matériaux font l'objet, depuis plusieurs décennies, de travaux de recherche intensifs, qui ont conduit à des applications dans différents secteurs industriels, initialement principalement dans l'aéronautique par exemple pour coupler des tubes en Titane (Van Humbeeck et al. 1999, Kumar et al. 2008), et actuellement dans de nombreuses applications médicales, en dentisterie, chirurgie mini-invasive, implants, dispositifs chirurgicaux... (Morgan et al. 2004, Yoneyama and Miyazaki 2008).

Le terme « matériau architecturé » (Brechet et al. 2013) est utilisé pour décrire la structuration d'un ou plusieurs matériaux à une échelle intermédiaire entre la microstructure et l'échelle du composant afin d'obtenir de nouvelles propriétés, souvent multifonctionnelles. Les études sur l'élaboration de matériaux architecturés en AMF nickel-titane se sont multipliées au cours des dernières années. On peut citer les structures poreuses frittées (Bandsiddhi et al. 2008, Aydoğmuş and Bor 2009), les nids d'abeilles obtenus par soudage (Shaw et al. 2007), les structures échafaudage dites « Scaffolds » pour culture cellulaire (Bormann et al. 2013).

Le présent travail de thèse se situe dans la continuité des précédentes études réalisées aux laboratoires 3SR et SIMAP (Delobelle et al. 2012; Poillot et al. 2010), visant à élaborer des structures poreuses par soudage résistance ou par frittage de tubes ou de fils en nickel-titane quasi-équiatomique, qui sont les formes les plus disponibles de ce matériau. L'objectif principal est de caractériser du point de vue métallurgique, microstructural et mécanique la liaison obtenue en utilisant l'une ou l'autre de ces méthodes. Le rapport de thèse est organisé suivant le schéma donné ci-dessous.

Le **1<sup>er</sup> chapitre** présente des généralités sur les AMF de type NiTi et leurs propriétés comme la transformation martensitique et le comportement thermomécanique. En outre, le concept de matériau architecturé est défini et illustré pour différentes classes de matériaux: polymères, surfaces, céramiques, métaux. Les travaux de fabrication de la liaison entre tubes et fils d'AMF

NiTi par frittage sont décrits dans le **chapitre 2**. Le frittage, ses mécanismes, ses paramètres et ses applications sont d'abord introduits. On présente ensuite les résultats des essais de frittage de tubes et de fils en s'intéressant notamment à l'influence du temps et de la température de frittage sur la composition et la microstructure de la zone frittée. Le **chapitre 3** s'intéresse au procédé de fabrication de liaisons entre tubes par soudage. Après une présentation générale des méthodes de soudage, on décrit le dispositif mis au point pour souder les tubes par résistance électrique, ainsi que les équipements utilisés pour la caractérisation mécanique de la liaison (traction, dureté). Tous les résultats de soudage sont présentés et analysés dans le **chapitre 4**. On étudie l'influence de différents éléments du procédé (traitement de vieillissement, paramètres de soudage, géométrie du tube) sur les caractéristiques métallurgiques, microstructurales et mécaniques du matériau dans les différentes zones identifiées au voisinage de la soudure, ainsi que sur la résistance mécanique de la liaison. Ce rapport se termine par les **conclusions et perspectives** de la thèse.

# Chapitre 1: Bibliographie

## Sommaire

---

<b>1.1. Introduction.....</b>	<b>3</b>
<b>1.2. Généralités sur l'AMF en TiNi.....</b>	<b>5</b>
1.2.1. Structure cristallographique et transformation martensitique de l'alliage TiNi .....	6
1.2.2. Comportement mécanique de l'alliage TiNi.....	8
1.2.3. Traitements thermomécaniques de l'alliage Ti-Ni .....	9
1.2.4. Bilan.....	11
<b>1.3. Matériaux architecturés .....</b>	<b>11</b>
1.3.1. Généralités .....	12
1.3.2. Types de matériaux architecturés.....	13
1.3.2.1. Polymères architecturés .....	14
1.3.2.2. Surfaces architecturées.....	15
1.3.2.3. Céramiques architecturées .....	16
1.3.2.4. Métaux architecturés .....	17
1.3.3. Bilan.....	19
<b>1.4. Bilan et enjeux .....</b>	<b>19</b>

---

## 1.1. Introduction

Le comportement typique des alliages à mémoire de forme (AMF) a été observé pour la première fois dans les années 1930 sur les alliages or-cadmium, notamment sur l'alliage Au-47.5at%Cd par Chang et Read (Otsuka and Wayman, 1999). Une décennie plus tard, le même effet a été observé pour un alliage Nickel-Titane par Buehler (Buehler et al. 1963) et l'appellation AMF a été établie. La propriété la plus remarquable des AMF est l'effet mémoire simple (Fig 1.1.a) caractérisé par le fait qu'une déformation apparemment plastique de quelques pourcents peut être récupérée intégralement par simple chauffage. Une seconde propriété remarquable des AMF est le comportement superélastique (fig 1.1.b). Pour une gamme de température dépendant principalement de la composition de l'alliage et des traitements

thermiques qu'il a subis. Le matériau peut être fortement déformé, de plus de 10 fois ce qu'autoriseraient les déformations élastiques usuelles des alliages métalliques et retrouver sa forme initiale lorsque l'effort est relâché.

Depuis les années 1960, un grand nombre d'AMF ont été découverts (Tableau 1.1) (Delobelle et al. 2012) à base de nickel-titane, cuivre, fer... La plupart des AMF sont activables par des chargements thermomécaniques ; plus récemment sont apparus des AMF activables aussi par champ magnétique.

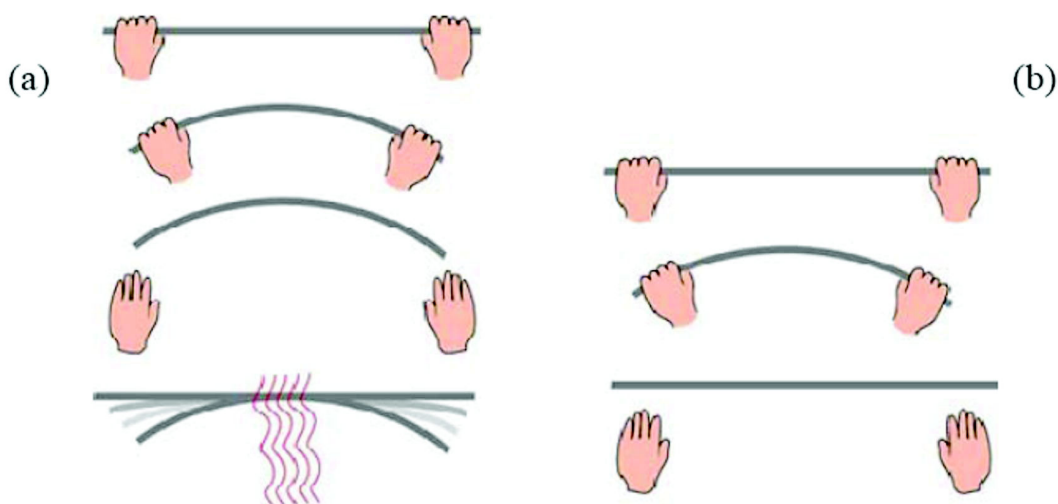


Figure 1.1: Principes de base du fonctionnement d'un AMF; a. Effet mémoire simple ; b. Comportement superélastique.

Tableau 1.1: Principaux AMF

Principal type de transformation	Élément de base	Alliages
Thermo/mécanique	Éléments rares	Ag-Cd, Au-Cd,...
Thermo/mécanique	Ni, Ti	Ni-Ti, Ni-Al, Ni-Ti-Cu, Ti-P-Ni,...
Thermo/mécanique	Cu	Cu-Zn, Cu-Sn, Cu-Al-Ni...
Thermo/mécanique	Fe	Fe-Pt, Fe-Pd, Fe-Ni-Co-Ti,...
Magnéto/thermo/mécanique		Ni-Mg-Ga, Mn-As, Co-Ni-Al, Fe-Pd,...

Les propriétés spécifiques des AMF sont dues à une transformation de phase à l'état solide, de

type thermoélastique, entre une phase dite austénitique de haute symétrie et une phase dite martensitique de plus faible symétrie. Cette transformation est induite par une variation de température et/ou l'application d'une contrainte mécanique. Elle donne quelques propriétés exceptionnelles (effet de mémoire, effet superélastique, effet caoutchoutique) qui seront décrites plus en détails sur le cas particulier de l'alliage Ni-Ti, objet de cette thèse.

Après quelques décennies de recherche, les AMF ont été utilisés largement dans des domaines variés (Birman et al. 1997). Les AMF apparaissent dans l'industrie aéronautique (Sanders et al. 2004), par exemple pour modifier les formes des déflecteurs en sortie de réacteurs pour réduire les bruits lors des phases de décollages (Figure 1.2a, Mabe et al. 2006). De nombreuses applications biomédicales ont été proposées, par exemple le stent autoexpansif en chirurgie non invasive (Figure 1.2b, Morgan et al. 2004).



Figure 1.2: Exemples d'applications des AMF aéronautique et en biomédical

## 1.2. Généralités sur l'AMF en TiNi

En 1963, les chercheurs du Naval Ordnance Laboratory mettent en évidence les propriétés de mémoire de forme des alliages à base de Ni-Ti quasiéquiatomique ( Buehler et al. 1963), alliages qu'ils baptisent NITINOL. Depuis, ces alliages ont donné lieu à de nombreuses applications. La première application du Nitinol fut en 1969 un dispositif de sertissage de tubes transportant des fluides hydrauliques dans l'avion F14 (Kauffman et al. 1997). En 1975, à l'université de l'Iowa, Andreasen propose le premier implant d'un dispositif orthodontique superélastique de Nitinol (Machado et al. 2003). Aujourd'hui, l'alliage de Nickel-Titane est largement utilisé dans de nombreux domaines, en particulier dans celui de la santé du fait de sa biocompatibilité.



De nombreuses études ont été nécessaires pour comprendre le comportement de ces alliages ; par exemple, c'est seulement vers les années 1990 que le diagramme de phase, représenté sur la Figure 1.3 a été établi ( Massalski et al. 1990; Otsuka et al. 2005).

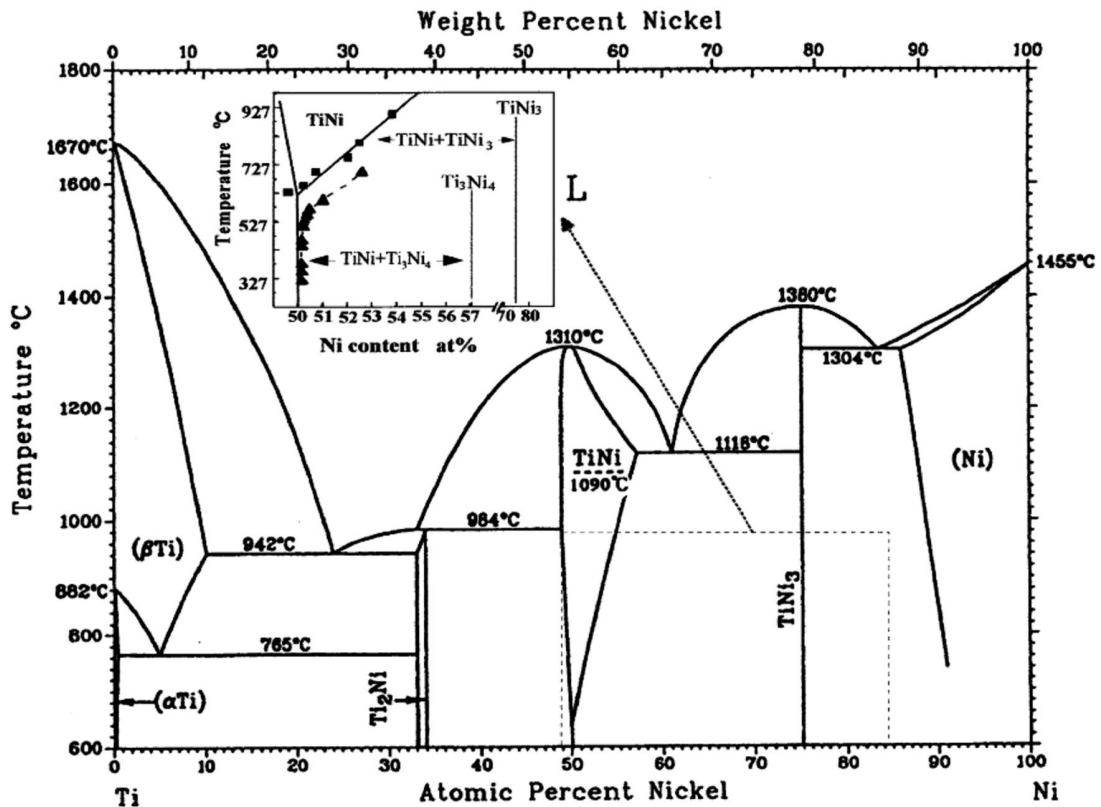


Figure 1.3: Diagramme de phase d'un alliage Ti-Ni par Massalski (Massalski et al. 1990) avec détail sur l'équilibre des phases entre TiNi et Ti<sub>3</sub>Ni<sub>4</sub>.

### 1.2.1. Structure cristallographique et transformation martensitique de l'alliage TiNi

L'alliage quasi-équiatomique Ni-Ti 50% atomique peut présenter plusieurs structures cristallines (Miyazaki et al. 2009), la structure cubique B2 de type CsCl (fig 1.4.a) avec  $a=0.3013$  nm, qui est dite austénitique, la structure monoclinique ou B19' dite martensitique et enfin la structure trigonale dite phase R (Fig.1.4b). Les transformations entre ces phases ont lieu sans diffusion. La Fig.4.a illustre la transformation entre austénite B2 et martensite B19', se produisant par déformation de cisaillement de la structure cubique.

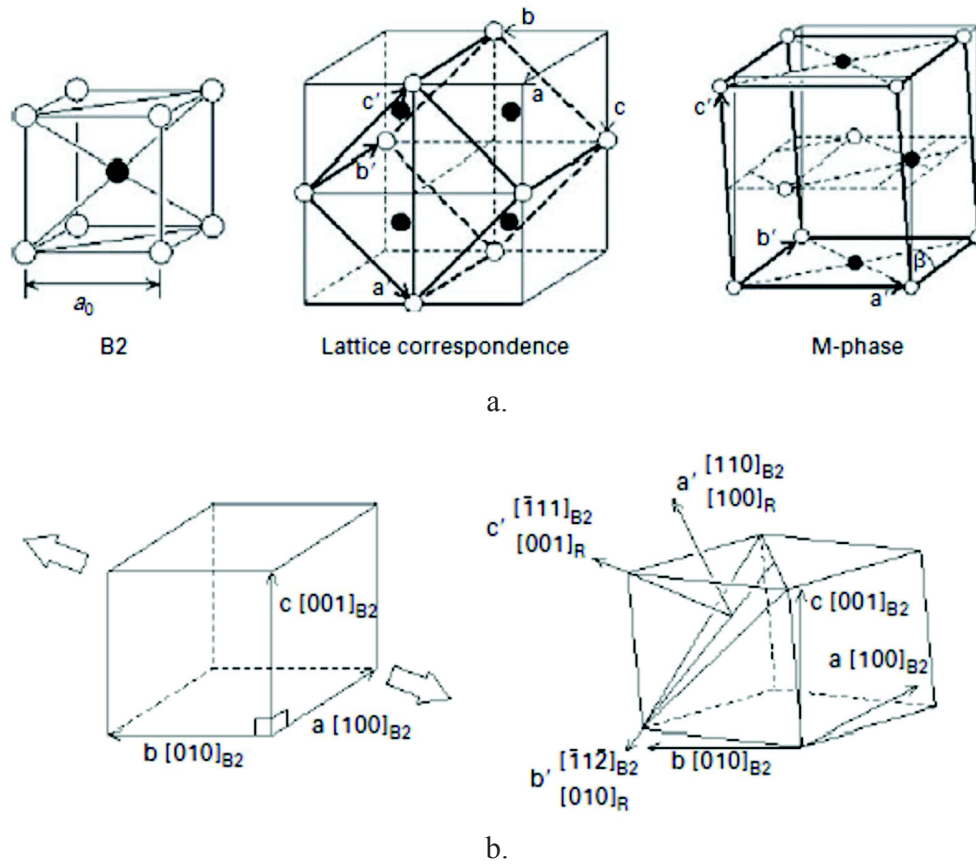


Figure 1.4: a. Structures cristallines austénitiques (B2), martensitiques (B19') et la correspondance de maille entre ces deux phases (Miyazaki et al. 2009); b. Structure cristalline de la phase R.

Ces transformations peuvent être induites thermiquement ou mécaniquement, comme illustré sur la Figure 1.5. A contrainte nulle, la phase austénitique A est stable à haute température, la transformation vers la phase martensitique M a lieu lors du refroidissement entre  $M_s$  (Martensite start) et  $M_f$  (Martensite finish). La phase martensitique formée est constituée de variantes dites accommodées, ce qui ne donne lieu à aucune déformation à l'échelle macroscopique. Au chauffage la transformation inverse a lieu entre  $A_s$  (Austenite Start) et  $A_f$  (Austenite Finish). La phase martensitique peut aussi être créée par l'action d'une contrainte mécanique par exemple de traction exercée à l'état initialement austénitique ; dans ce cas, la martensite créée est orientée, ce qui donne lieu à une déformation à l'échelle macroscopique. La martensite orientée peut aussi être créée à partir de martensite accommodée, par chargement mécanique à une température inférieure à  $M_f$ .

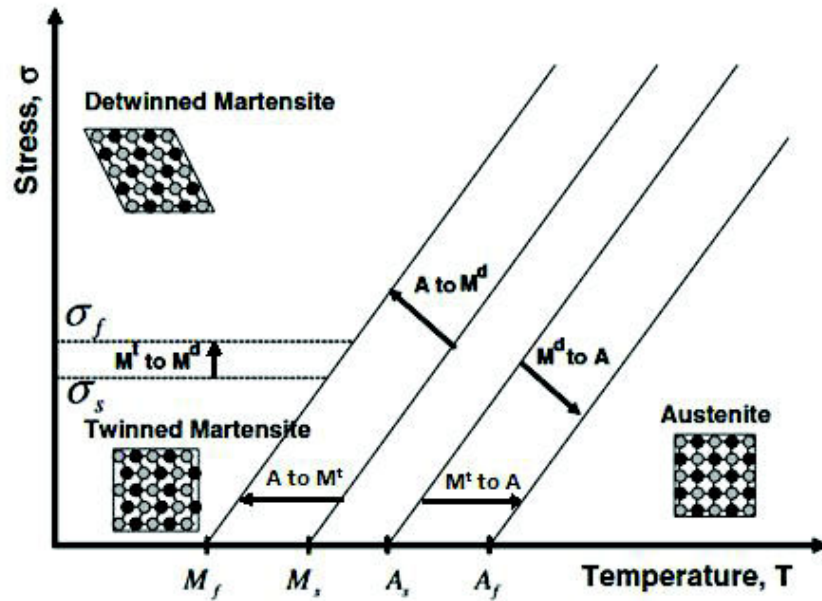


Figure 1.5: Schéma de transformation des structures cristallines d'un alliage AMF de type NiTi, restreint à la transformation entre austénite et martensite.

### 1.2.2. Comportement mécanique de l'alliage TiNi

L'ensemble des propriétés de l'alliage NiTi est résumé sur la Figure 1.6 (Laeng et al. 2010). A une température  $T_1 > A_f$ , le comportement en traction est dit superélastique, le plateau lors de la charge est associé à une transformation A- Martensite orientée, la transformation inverse ayant lieu lors de la décharge. A une température  $T_3$ , le plateau lors de la charge est associé à l'orientation des variantes de martensite à partir de martensite accommodée ; cela conduit lors de la décharge à une déformation résiduelle. L'effet mémoire est la disparition de cette déformation résiduelle lors du chauffage, provoquant la transformation de martensite orientée vers austénite. A la température  $T_2$ , la martensite orientée est créée lors de la charge par transformation de la phase austénitique, mais la transformation inverse n'a pas lieu lors de la décharge.

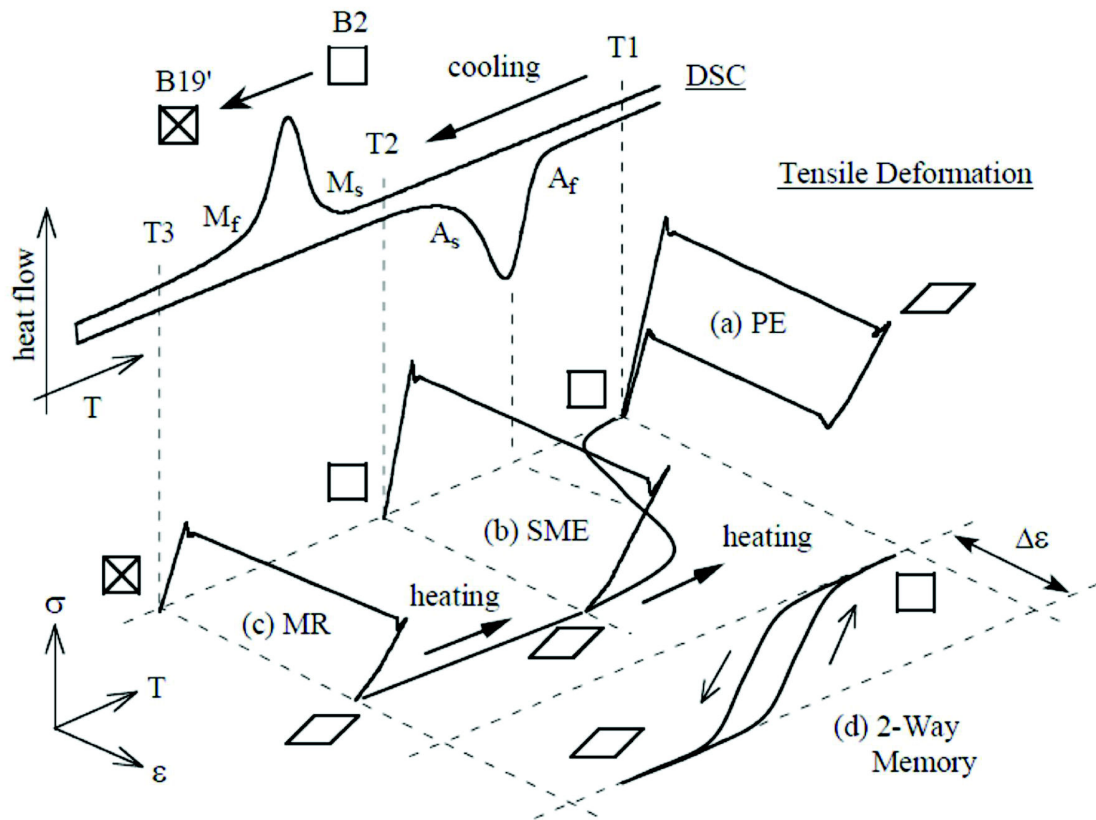


Figure 1.6: Comportement thermomécanique dans l'espace contrainte-deformation-température d'un alliage à mémoire de forme. (Laeng et al. 2010)

### 1.2.3. Traitements thermomécaniques de l'alliage Ti-Ni

Les propriétés des alliages NiTi sont affectées par la composition de la matrice de l'alliage. La Figure 1.7 représente la température de début de la transformation martensitique  $M_s$  au refroidissement en fonction de la composition de Nickel en %at, pour des alliages NiTi ayant été mis en solution à des températures supérieures à 1000°C et trempés.

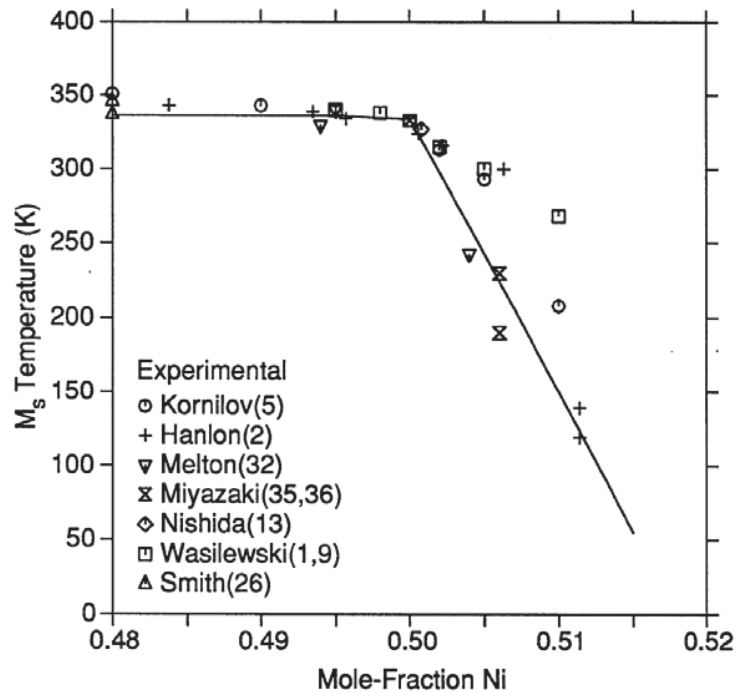


Figure 1.7: Dépendance de  $M_s$  de l'alliage binaire NiTi en fonction du pourcentage atomique en Nickel (Tang et al. 1997).

Les propriétés des alliages NiTi sont aussi fortement dépendantes des conditions métallurgiques, et donc fortement modifiées par les traitements thermomécaniques. Le premier type de traitements thermomécaniques est celui de recuit, consécutif à l'opération de mise en forme à froid. En effet, les AMF NiTi sont souvent utilisés sous forme de fils et tubes, obtenus par étirage à froid et de plaques obtenues par laminage à froid. Tous ces procédés de mise en forme à froid conduisent à un fort écrouissage introduisant de fortes densités de dislocations et de contraintes internes, qui d'une part durcissent la matrice et d'autre part interfèrent avec les transformations martensitiques. Les traitements thermomécaniques de type recuit conduisent à des phénomènes de restauration et recristallisation de la matrice fortement écrouie. La recristallisation commence à des températures de l'ordre de 600°C. Le recuit conduit d'une part à augmenter les températures de transformation et d'autre part à réduire l'intervalle de transformation. Ce dernier phénomène est dû à la réduction de l'inhomogénéité par exemple des contraintes internes et des obstacles induits par l'écrouissage. Le traitement de recuit est particulièrement utilisé pour des alliages Nickel-Titane dont la composition est très proche de l'équiatomique (typiquement composition en Ni inférieure à 50.4%at).

Le second type de traitements thermomécaniques est celui dit de vieillissement (« aging ») impliquant des phénomènes de précipitation. Ces traitements de vieillissement sont

particulièrement utilisés pour des alliages contenant suffisamment de Nickel. Typiquement, on distingue les alliages dits quasi-équatomique ( $\text{Ni}\%_{\text{at}} < 50.4\%$ ) de ceux dits riches en Nickel ( $\text{Ni}\%_{\text{at}} > 50.4\%$ ) pour lesquels sont utilisés ces traitements de vieillissement. Ces traitements conduisent à la création de précipités, par exemple de type  $\text{Ti}_3\text{Ni}_4$  (Otsuka et al. 1999). La figure 1.8 (Nishida et al. 1986) présente les diagrammes TTT (Temps-température-Transformation) pour un alliage  $\text{Ti-Ni}52\%_{\text{at}}$ . Cette figure illustre la complexité des phénomènes de précipitations induits par les traitements de vieillissement. Une compréhension complète de ces phénomènes et de leurs effets sur le comportement de l'alliage n'est pas encore atteinte et c'est souvent par une approche empirique que les industriels ajustent les conditions de traitements pour obtenir les propriétés souhaitées en regard des applications visées.

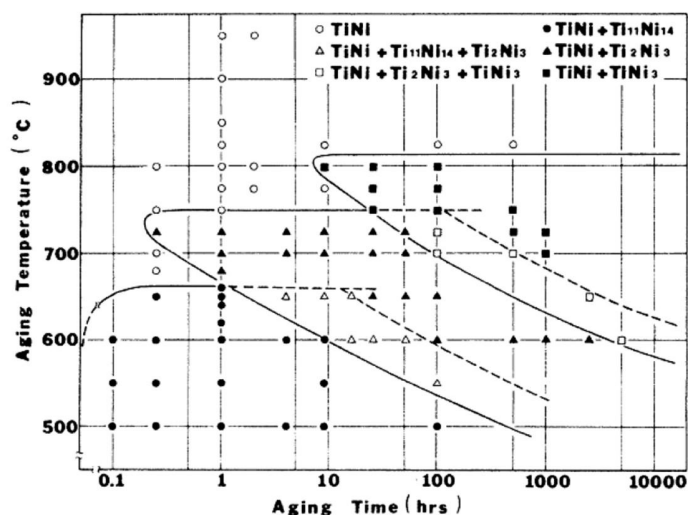


Figure 1.8: Diagramme TTT décrivant la création des différents types de précipités lors d'un traitement de vieillissement d'un  $\text{Ti-Ni}52\text{at}\%$  (Nishida et al 1986).

### 1.2.4. Bilan

Avec environ 60 ans d'histoire et de développement, de nombreuses études ont été consacrées aux différentes propriétés des alliages à mémoire de forme, en particulier à l'alliage NiTi. La plupart des applications d'AMF sont basées sur les propriétés thermomécaniques les plus remarquables, le comportement superélastique et l'effet mémoire de forme. La biocompatibilité de l'alliage NiTi a conduit à de nombreuses applications médicales.

## 1.3. Matériaux architecturés

### 1.3.1. Généralités

Le concept de matériaux architecturés provient de l'évolution progressive de "matériaux par hasard" vers des "matériaux par conception", qui fait référence à l'expression "microstructure by design" (taille des grains, précipitation, état de cristallisation) des métallurgistes et des polyméristes (Brechet et al. 2013). Les stratégies d'architecturation, qui sont mises en œuvre à une échelle intermédiaire entre celle de la microstructure et celle de la pièce, cherchent à distribuer le ou les matériaux choisis de façon optimale en vue des propriétés visées sans modifier significativement ces matériaux. La figure 1.9 illustre cette problématique. Les matériaux architecturés sont généralement conçus pour intégrer plusieurs fonctions dans une seule pièce afin d'optimiser les performances et le coût des produits (Wagnier et al. 2013).

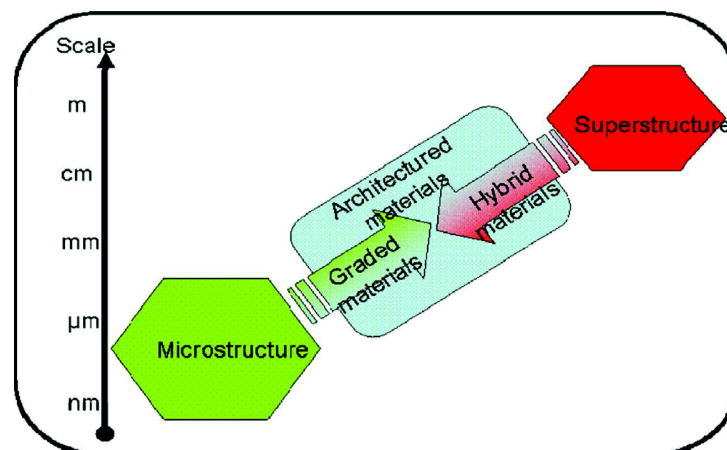


Figure 1.9: Schématisation du concept de matériau architecturé (Brechet et al 2013).

Le processus de conception de matériaux architecturés a été décrit par Kromm et al. (Kromm et al. 2007), comme le montre le schéma de la figure 1.10. Les éléments que le concepteur doit définir sont la nature des matériaux composants, les fractions volumiques des composants, l'architecture et la morphologie des composants, les modes de couplage entre les composants (Wagnier et al. 2013).

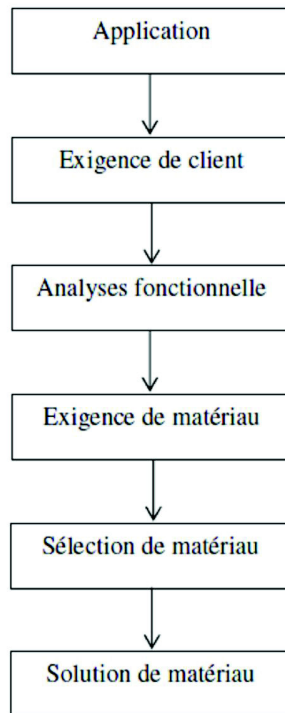


Figure 1.10: Principales étapes du processus de conception de matériaux architecturés (Kromm et al. 2007).

### 1.3.2. Types de matériaux architecturés

Le nom de “matériau architecturé” recouvre des matériaux très divers ; tous ont en commun que leurs propriétés dépendent non seulement des matériaux qui les composent mais aussi de l’organisation morphologique et topologique de ces composants. Ils peuvent être des arrangements de cellules, des fibres, de blocs, etc. Pour les matériaux cellulaires, l’objectif principal est de contrôler les porosités, l’épaisseur et la taille de cellules. Pour les matériaux enchevêtrés, on s’intéresse à l’effet du frottement entre les fibres sur les propriétés. De même pour les assemblages de blocs. Un matériau architecturé peut être classé suivant l’architecture de sa structure (figure 1.11) ou suivant la nature de son composant principal, par exemple polymère architecturé, céramique architecturée, métal architecturé, surface architecturée. C’est cette dernière classification qui est utilisée dans la suite.



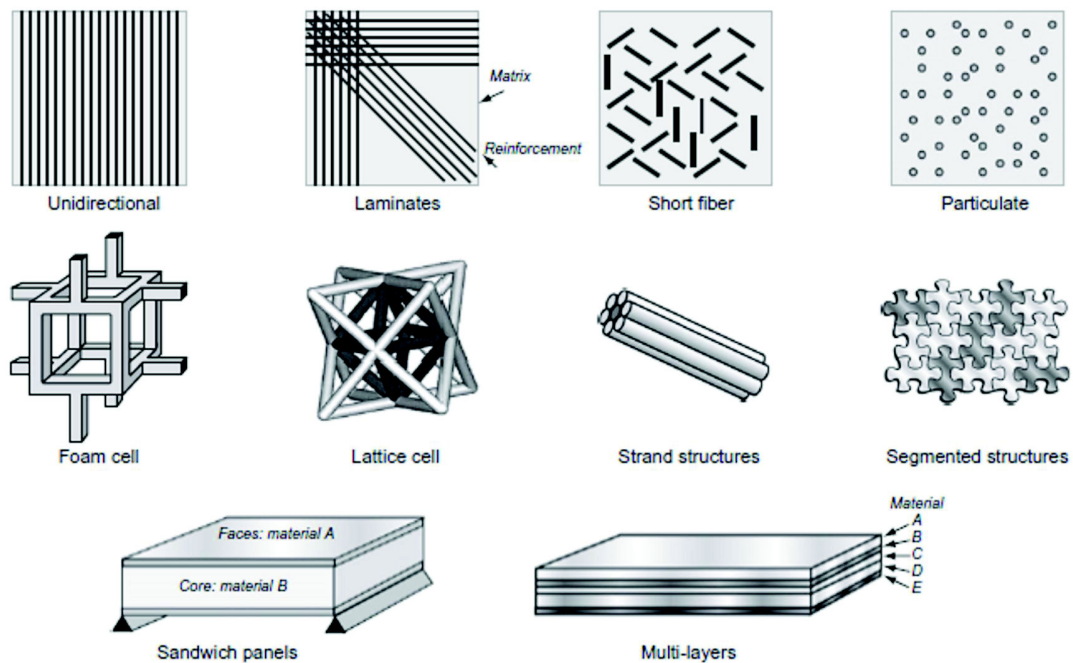
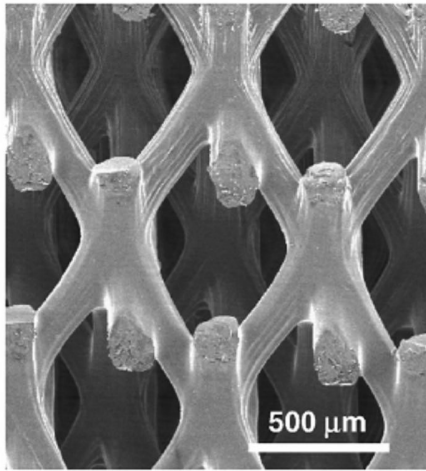


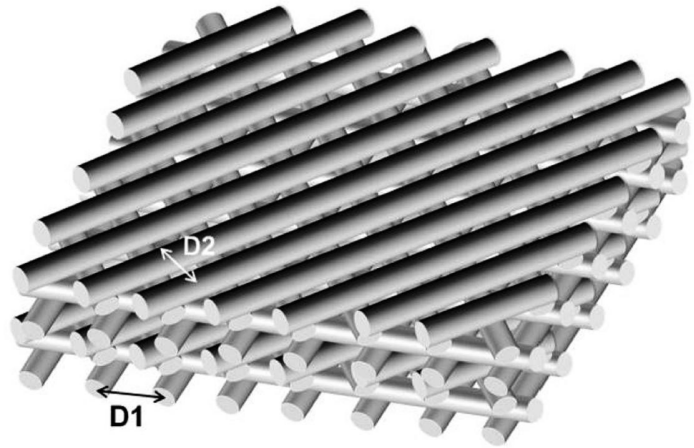
Figure 1.11: Types de matériaux architecturés (Ashby et al. 2013).

### 1.3.2.1. Polymères architecturés

Dans cette catégorie on peut citer par exemple les polymères à maille octaédrale (Jacobsen et al. 2007) et les polymères « en échafaudage » (Almeida et al. 2013). Jacobsen et al. ont fabriqué des polymères en maille octaédrale (fig 1.12.a) (Jacobsen et al.2008). Les échantillons obtenus ont été testés après trois différents traitements sous vide: durcissement par lumière ultra-violet ( $7,5 \text{ mW cm}^{-2}$ ), traitement thermique à  $130^\circ\text{C}$  pendant 24 h, durcissement par lumière ultra-violet ( $7,5 \text{ mW cm}^{-2}$ ) et ces deux traitements successifs. La différence de module de compression après chacun de ces trois traitements est de moins de 5% (module moyen  $E=2,4 \text{ GPA}$ ) et la différence de limite d'élasticité est d'environ 11% (moyenne:  $\sigma_y=61 \text{ MPA}$ ). Almeida et al. (Almeida et al. 2013) ont fabriqué une structure en échafaudage de polymère biodégradable par la méthode d'impression 3D (figure 1.12.b) destinée à être implantée dans le corps humain. Leurs résultats montrent que la structure a un léger effet sur la morphologie des macrophages et le profil des cytokines.



a.



b.

Figure 1.12: Polymères architecturés élaborés (a) par Jacobsen et al. (Jacobsen et al. 2007) et (b) par Almeida et al. (Almeida et al. 2013).

### 1.3.2.2. Surfaces architecturées

L'objectif principal est de fournir à un substrat de nouvelles propriétés physiques, chimiques et biologiques qui dépassent les propriétés des matériaux standards. Parmi les techniques utilisées on peut citer la fonctionnalisation de surface en couche mince (Blanquet et al. 1997), la structuration par laser (Tan et al. 2006), le dépôt de nanostructures complexes, par exemple l'oxyde de zinc en nano-fils (Umar et al. 2008) ou en nano-tiges (Willander et al. 2009), le dépôt de structure 3D comme le tableau de nano-bols ordonné (Xu et al. 2004). Deux exemples sont présentés sur la figure 1.13.

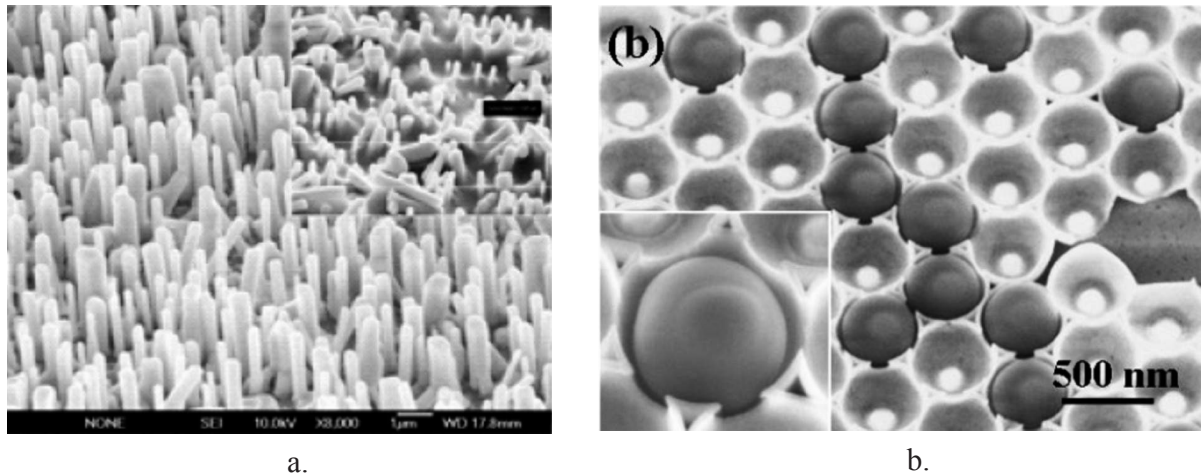


Figure 1.13: Exemples de surfaces architecturées ; a. nano-fils d'oxyde de zinc (Umar et al. 2008); b. tableau de nano-bols ordonné (Xu et al. 2004).

### 1.3.2.3. Céramiques architecturées

Il existe de nombreux exemples de céramiques architecturées développées pour des applications très diverses. Des céramiques poreuses en carbure de silicium structurées en nid d'abeilles monolithique (figure 1.14.a), destinées à jouer le rôle de collecteur de rayonnement solaire concentré, ont été créées par extrusion et frittage subséquent (Agrafiotis et al. 2007). Les essais réalisés sur ces matériaux ont montré que leur rigidité augmentait sous rayonnement solaire et qu'ils bénéficiaient de très bonnes propriétés thermomécaniques. Ils peuvent aussi être utilisés comme matériaux catalytiques ou redox pour les échappements catalytiques dans l'automobile. Comme second exemple, on s'intéresse à la structure en « nid d'oiseau » de fils polycristallins de mullite (figure 1.14.b) qui est inspirée par la nature et a été fabriquée par la méthode d'agglutination à haute température (Dong et al. 2013). Des essais mécaniques ont montré que la déformation pouvait atteindre 14%, ce qui est très élevé pour une céramique, sous une contrainte de compression de 2,2 MPa. On peut également citer les céramiques cellulaires (Ortona et al. 2012) et parallèles (Elshof et al. 2010).

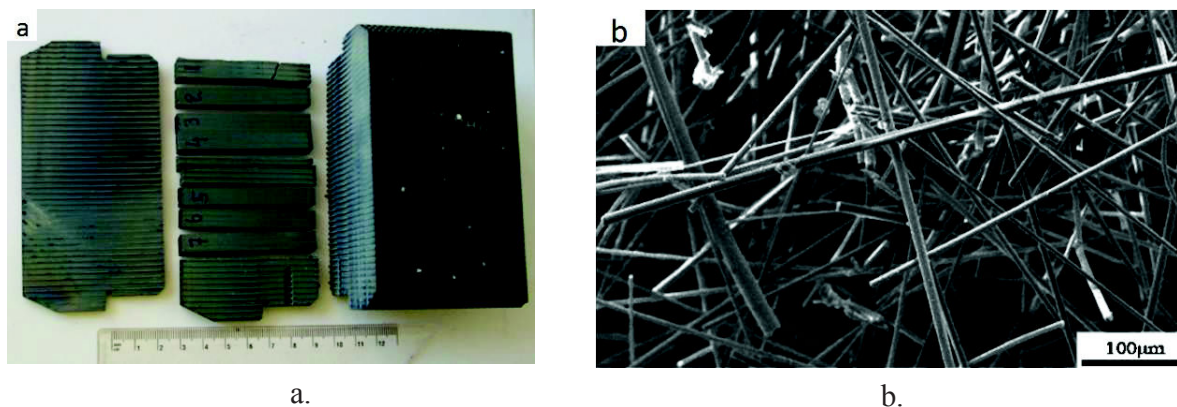
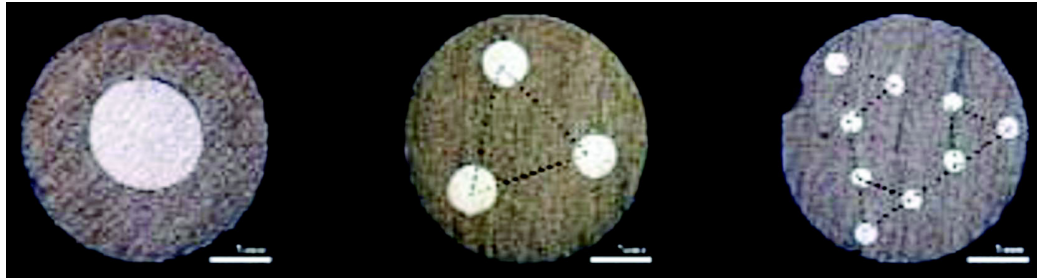


Figure 1.14: Exemple de céramiques architecturées ; a. Nids d'abeille en carbure de silicium (Agrafiotis et al. 2007) ; b. Fils de mullite en « nid d'oiseau » (Dong et al. 2013).

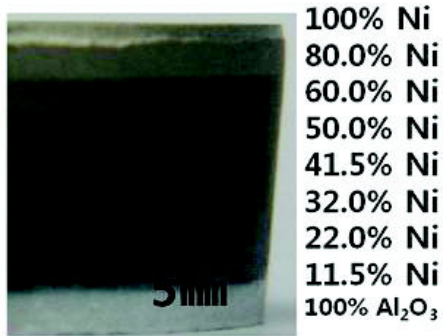
#### 1.3.2.4. Métaux architecturés

On peut distinguer 3 grandes classes de métaux architecturés : les multimatériaux, les matériaux cellulaires et les matériaux enchevêtrés. Deux exemples de multimatériaux sont présentés sur la figure 1.15: un matériau formé de fibres en verre métallique distribuées dans une matrice en alliage d'aluminium (Ragani et al. 2010) et une structure à gradient formée de couches composites Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de différentes compositions ( figure 1.15b, Yang et al. 2013). Les multimatériaux peuvent être fabriqués par des traitements thermomécaniques en phase solide, laminage à chaud (Roy et al. 2012) (Bataev et al. 2012), frittage-forgeage (Chawla et al. 2002), métallurgie des poudres et techniques de dépôt (Deng et al. 2005), matériaux enchevêtrés ou laines d'acier (Masse et al. 2013). Des processus solides peuvent être combinés avec les techniques d'élaboration d'état liquide pour fabriquer des matériaux cellulaires (figure 1.15.c et d). Deux méthodes sont habituellement utilisées: injection de gaz (Banhart et al. 2001) et infiltration de préformes. Des éléments qui sont utilisés comme créateur de porosité sont par exemple NaCl pour Al (Jinnapat et al. 2012), Mg pour Nickel – Titane (Aydoğmuş et al. 2009).

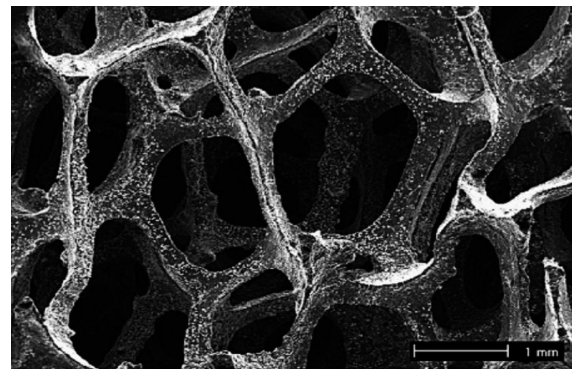




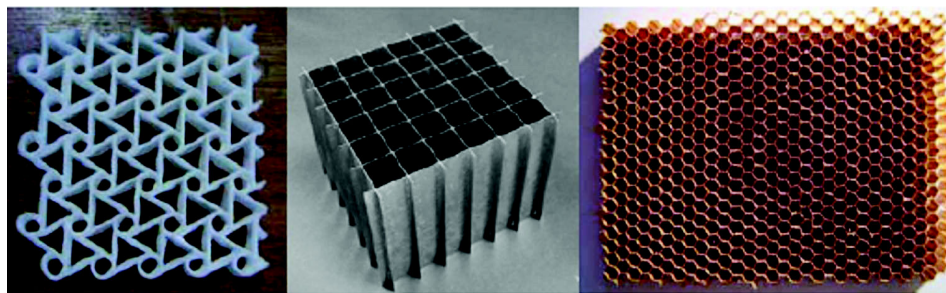
a.



b.



c.



d.



e.

Figure 1.15: Exemple de métaux architecturés; a. Fibres en verre métallique au sein d'une matrice en alliage d'aluminium (Blandin et al. 2009); b. Multicouches Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à gradient (Yang et al. 2013); c. Mousse ouverte d'aluminium (Amsterdam et al. 2008); d. Structures métalliques en nid d'abeilles (Hou et al. 2011); e. Laines d'acier (Masse et al. 2013).

### **1.3.3. Bilan**

Dans cette section, le concept de matériau architecturé a été défini et différents exemples de tels matériaux ont été présentés en précisant notamment leurs procédés de fabrication. Ces matériaux sont largement utilisés dans de nombreux domaines industriels en raison de leurs excellentes propriétés physiques et mécaniques. Par exemple les matériaux cellulaires maximisent le rapport résistance/poids, ils ont des capacités remarquables de réduction du bruit, d'isolation thermique et d'absorption d'énergie (Hou 2011). En outre, les matériaux architecturés peuvent associer des matériaux de différentes classes, par exemple métal et céramique (Yang et al. 2013), métal et polymère (Tissot et al. 2013).

### **1.4. Bilan et enjeux**

La combinaison des caractéristiques des AMF, en particulier de l'alliage Nickel -Titane, avec les propriétés de matériaux architecturés peut devenir une nouvelle voie de recherche dans le domaine de la science des matériaux. Dans cette voie, quelques recherches ont été effectuées, par exemple des études préliminaires pour réaliser des liaisons de tubes NiTi par soudage par résistance électrique (Delobelle et al. 2012), des études sur l'obtention par Selective Laser Melting de « scaffolds » en NiTi (Bormann et al. 2013). Cependant, le nombre de travaux de recherches sur l'élaboration de matériaux architecturés Nickel-Titane est encore limité.

Si l'on exclut les modes d'obtention par fabrication additive de type Selective Laser Melting (SLM) ou Electron Beam Melting (EBM), la fabrication de matériaux architecturés nécessite la réalisation et l'étude des liaisons réalisables entre des éléments en Nickel-Titane. L'objet de cette thèse est d'étudier et réaliser des liaisons entre des éléments de type tubes ou fils, qui sont les formes les plus disponibles des alliages NiTi. Nous nous concentrerons sur deux procédés, celui du frittage et celui du soudage par résistance électrique. Nous aborderons la réalisation de ces liaisons et leurs caractérisations métallurgiques, microstructurales et mécaniques.

# Chapitre 2: Création de liaison par frittage

## Sommaire

---

<b>2.1. Introduction sur la liaison par frittage .....</b>	<b>21</b>
2.1.1. Généralités sur le frittage .....	21
2.1.1.1. Frittage en phase solide d'un matériau cristallin monophasé .....	24
2.1.1.2. Frittage avec phase liquide.....	25
2.1.2. Création de liaisons entre tubes ou fils par frittage.....	26
2.1.2.1. Procédés incluant des tubes .....	26
2.1.2.2. Liaison entre fils par frittage.....	29
2.1.3. Bilan.....	31
<b>2.2. Description des essais.....</b>	<b>31</b>
2.2.1. Matériaux et dispositifs expérimentaux .....	31
2.2.1.1. Essai de frittage pour les tubes et fils.....	32
2.2.2. Les problèmes rencontrés .....	35
2.2.2.1. L'écartement entre tubes.....	35
2.2.2.2. L'interaction entre Ti-Ni et les pièces en alumine.....	36
2.2.3. Analyse de microstructure et composition.....	37
<b>2.3. Résultats des essais de frittage entre tubes .....</b>	<b>40</b>
2.3.1. L'influence des paramètres de frittage sur la liaison .....	40
2.3.2. Observation des différentes phases par MEB .....	41
2.3.3. Composition des différentes phases.....	43
2.3.4. Analyses DSC .....	45
2.3.5. Influence du traitement d'homogénéisation sur la transformation de phase .....	47
2.3.6. Analyse de la transformation de phase pendant le frittage .....	50
2.3.7. Analyse de l'évolution de la liaison durant le frittage .....	51
2.3.8. Bilan.....	52
<b>2.4. Expériences de liaison entre fils.....</b>	<b>53</b>
2.4.1. Observation de la liaison des fils par MEB .....	53
2.4.2. Composition de la zone de liaison entre fils .....	54
2.4.3. Bilan.....	56
<b>2.5. Conclusions.....</b>	<b>56</b>

---

## 2.1. Introduction sur la liaison par frittage

### 2.1.1. Généralités sur le frittage

Le frittage est un des plus anciens procédés technologiques humains, originaire de l'ère préhistorique avec la poterie. Il consiste à consolider une poudre par chauffage à une température généralement supérieure à la moitié de la température de fusion (en Kelvin) sans atteindre cette température. C'est une opération thermique au cours de laquelle s'effectue la liaison des particules de poudres conduisant à un matériau suffisamment cohérent pour résister aux contraintes rencontrées en service. Au cours du frittage, les interfaces solide/solide augmentent et les surfaces solide/vapeur diminuent afin de minimiser l'énergie de surface du système. La figure 2.1 décrit le phénomène de densification au cours du frittage avec trois stades: primaire, intermédiaire et ultime. Le stade intermédiaire est illustré par la figure 2.1.b et le stade ultime par la figure 2.1.c

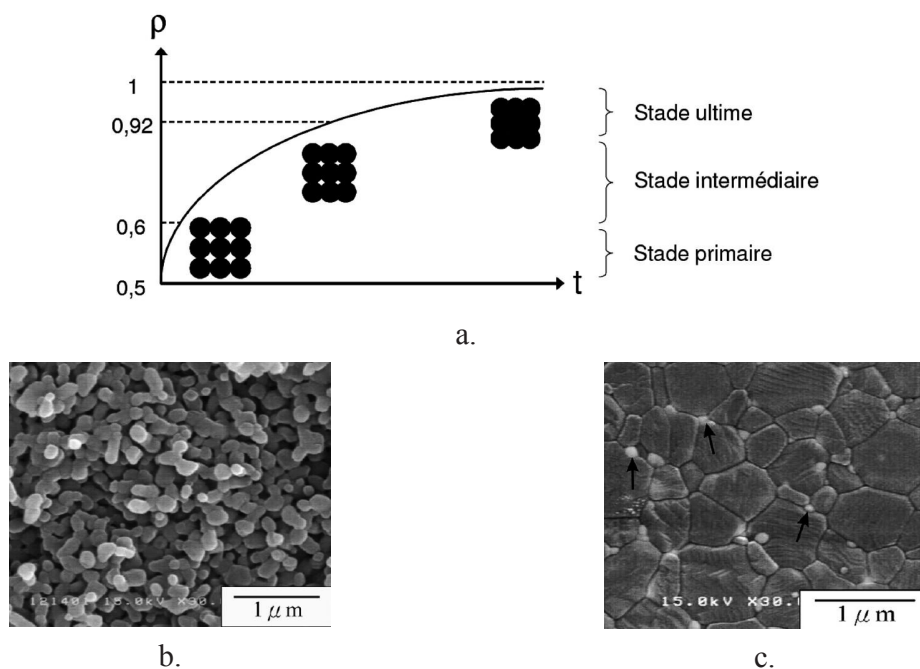


Figure 2.1: Illustrations du frittage; a. Graphique schématisant la densification pendant le frittage (Bregiroux et al. 2005),  $\rho$  est la densité relative; b. Mélanges de poudres nanométriques d'alumine  $\alpha$  et de zircone après frittage à 1250°C/4h,  $\rho=61\%$  (Wang et al. 2009); c. Mélanges de poudres nanométriques d'alumine  $\alpha$  et de zircone après frittage en deux étapes ( $T_1=1450^\circ\text{C}$ ,  $T_2=1350^\circ\text{C}/12\text{h}$ ) (Wang et al. 2009).

Le frittage diffère de la plupart des techniques métallurgiques en ce qu'il n'implique jamais la fusion totale du matériau mis en œuvre. Il constitue généralement l'étape finale d'un processus



de métallurgie des poudres qui comprend également une ou plusieurs opérations de mise en forme (figure 2.2). C'est un moyen commode de produire des pièces de compositions très diverses avec une grande précision géométrique, éliminant souvent toute opération d'usinage ultérieure. Il permet aussi d'obtenir certains métaux ou alliages dotés de propriétés physiques ou mécaniques particulières (élaboration de métaux réfractaires, Djangang et al. 2008), tels le tungstène (Gillia et al. 2001), d'alliages ou de pseudo-alliages de matériaux non miscibles à l'état liquide (Knight et al. 2002), comme le cuivre et le graphite, ou encore de pièces poreuses dans toute leur masse). D'autre part, il est considéré comme une méthode de fabrication relativement économique quand un grand nombre de petites pièces mécaniques identiques est requis.

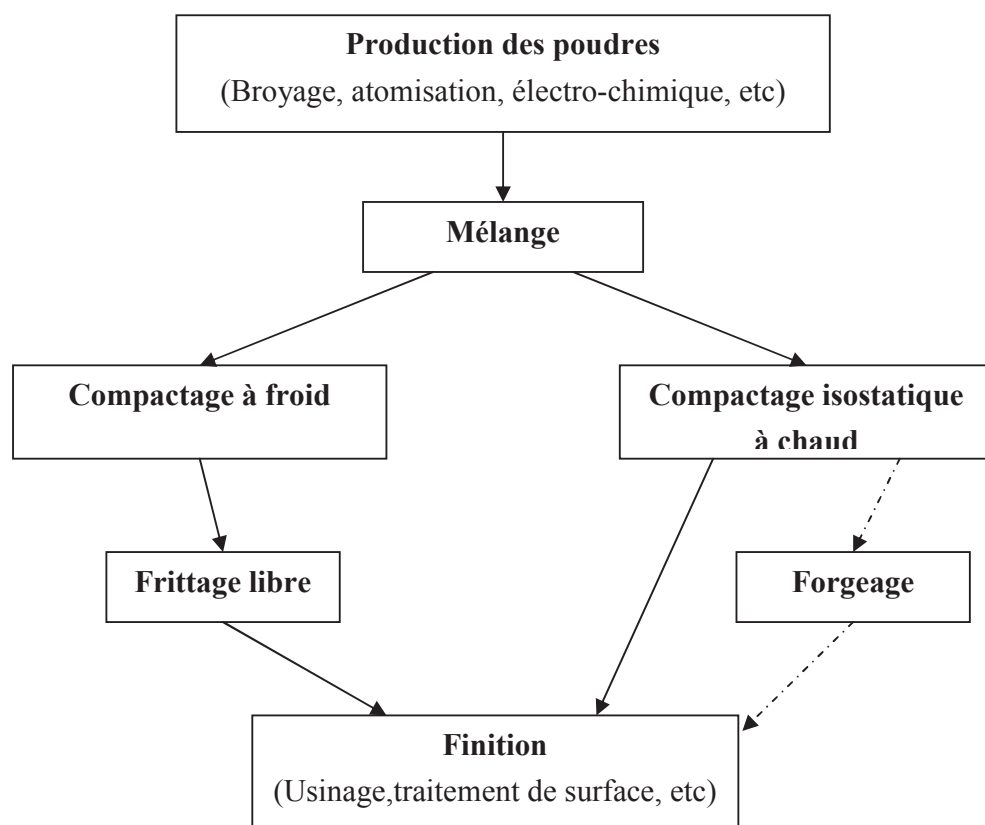


Figure 2.2: Procédés de métallurgie des poudres (Galuppi et al. 2010).

Il existe deux principaux types de frittage: le premier est décrit comme le frittage à l'état solide (sans ou avec charge), parce qu'il s'effectue à une température telle qu'il n'y a fusion d'aucun des constituants du système pendant l'opération; le second type, connu sous le vocable de frittage avec phase liquide, se produit lorsqu'on est en présence d'un mélange de poudres de métaux à bas et à haut point de fusion; la température de frittage est supérieure à la température

de fusion du composant le plus facilement fusible, de telle sorte que ce dernier baigne la phase solide résiduelle pendant tout ou une partie de l'opération.

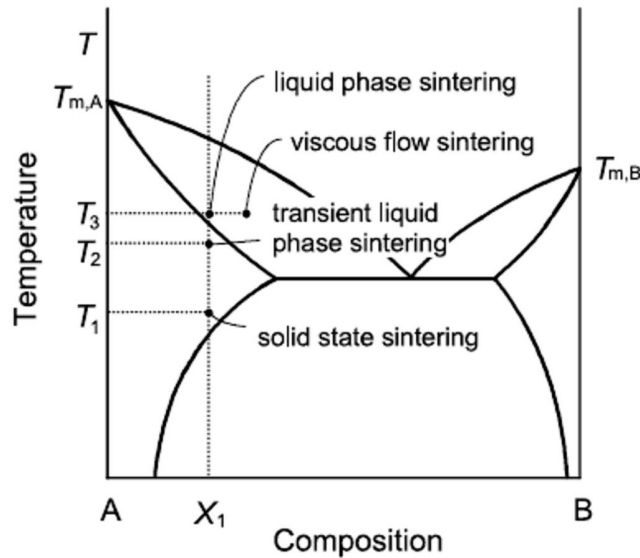


Figure 2.3: Illustration des différents types de frittage.

Le frittage n'a été pas étudié fondamentalement avant les années trente quand Sauervald (1931) a publié le premier document parlant des problèmes de frittage d'un aspect scientifique. Quatorze années plus tard, la première théorie physique de frittage a été créée par Frankel (Skorokhod et al. 1996), dans laquelle la cause de frittage et sa force motrice ont été définies comme liées à l'énergie de surface de Gibbs. Depuis lors, la science du frittage a fait des progrès remarquables.

Il existe un large consensus dans la littérature concernant la force motrice pour le frittage. La configuration de départ est loin de l'état d'équilibre et la force motrice est l'énergie libre en excès. Dans la littérature concernant le frittage classique, l'accent a été mis sur l'excès d'énergie libre due aux interfaces solide-vapeur. Le frittage produit une réduction des interfaces solide-vapeur et une augmentation des interfaces solide-solide dont l'énergie est très inférieure dans la plupart de cas. Il conduit également le plus souvent à une diminution de la porosité. Lorsque la croissance des grains se produit, les interfaces solide-solide diminuent également. La variation d'énergie libre peut s'écrire (Bernache-Assollant et al. 2005):

$$\Delta G = \gamma_{SV} \cdot \Delta A_{SV} + \gamma_{SS} \Delta A_{SS} \quad (2.1)$$

avec  $\gamma_{SV}$  et  $\gamma_{SS}$  les énergies superficielles des interfaces solide-gaz (pores) et solide-solide (joints de grain). En général  $\gamma_{SV} \gg \gamma_{SS}$ ,  $\Delta A_{SV}$  et  $\Delta A_{SS}$  sont les variations des aires des interfaces solide-gaz et solide-solide.

### 2.1.1.1. Frittage en phase solide d'un matériau cristallin monophasé

Pour décrire le processus on suppose en général que les particules sont monocristallines. Contrairement au cas du frittage visqueux des poudres amorphes, dans le frittage en phase solide, la totalité du corps solide ne participe pas au transport de la matière, qui est localisé au voisinage des joints de grains créés en tout début du processus et des pores. Il y a plusieurs mécanismes de transport, qui sont distingués par la source, le puits et le trajet de la matière. Ces différents mécanismes de frittage en phase solide sont schématisés sur la figure 2.4 et sont décrits dans le tableau 2.1. Les six mécanismes mènent à la croissance des cols entre particules, mais seuls les mécanismes 4, 5 et 6 entraînent une densification.

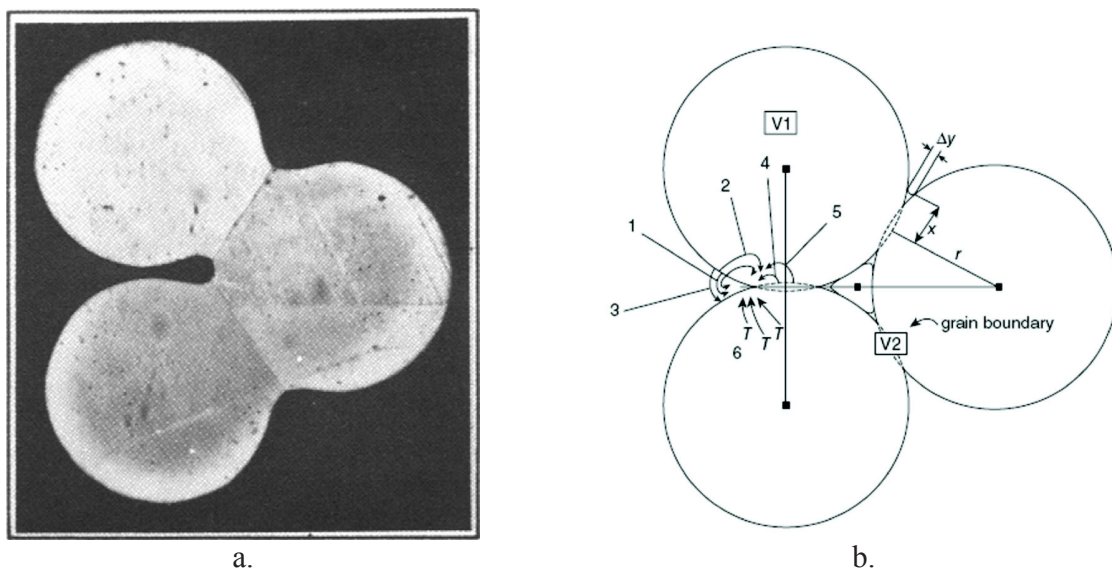


Figure 2.4: Illustrations du frittage en phase solide; a. Trois particules de cuivre frittées à 1300 K pendant 8h (Exner et al. 1990); b. Six chemins de transport de la matière (Bordia et al. 2012).

Table 2.1: Six chemins de transport de la matière pendant le frittage

N°	Transport	Source d'atome	Puits d'atome	Densification
1	Diffusion en surface	Surface	Col interparticulaire	Non
2	Diffusion dans le réseau	Surface	Col interparticulaire	Non
3	Transport en phase vapeur	Surface	Col interparticulaire	Non
4	Diffusion dans le joint de grains	Joint de grains	Col interparticulaire	Oui
5	Diffusion dans le réseau	Joint de grains	Col interparticulaire	Oui
6	Diffusion dans le réseau	Dislocations	Col interparticulaire	Oui

#### 2.1.1.2. Frittage avec phase liquide

Le frittage avec phase liquide peut se diviser en trois étapes qui sont décrites sur la figure 2.5: densification en phase solide, réarrangement, dissolution-reprécipitation et densification finale. Au début, quand la température approche la température de fusion d'un des composants, une densification en phase solide se produit. Si la teneur en phase liquide aux points de contact devient significative, l'étape de réarrangement des grains de la phase restée solide est activée. Ensuite le frittage de ces grains se produit par dissolution dans la phase liquide et reprécipitation. Enfin, le liquide remplit les pores résiduels et la taille des grains augmente.

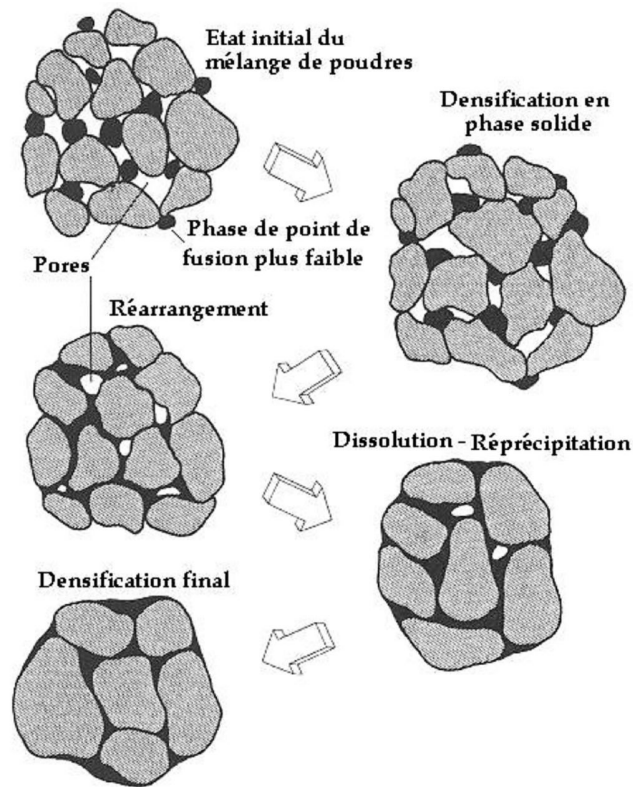


Figure 2.5: Étapes classiques du frittage avec phase liquide d'un mélange de poudres (Olmos et al 2009).

## 2.1.2. Création de liaisons entre tubes ou fils par frittage

Après plusieurs décennies de développement, à côté des procédés traditionnels comme le frittage libre et le compactage isostatique à chaud (HIP) (Yuan et al. 2004, Greiner et al. 2005), sont apparus des procédés utilisant des techniques de chauffage non conventionnelles, frittage flash (SPS) (Shearwood et al. 2005; Tiwari et al. 2009), frittage laser sélectif (SLS ou SLM) (Shishkovsky et al. 2012), frittage micro-ondes (MS) (Tang et al. 2011), etc. Tous ces procédés sont essentiellement mis en œuvre sur des poudres pour fabriquer des matériaux denses, poreux, voire cellulaires. Les applications à des tubes ou des fils sont rares.

### 2.1.2.1. Procédés incluant des tubes

Quand des tubes sont introduits dans un procédé de frittage ils sont en général en interaction avec une poudre. Ainsi, l'équipe de Xu a fabriqué des fils de  $MgB_2$  par frittage d'une poudre dans un tube d'acier à bas carbone (Xu et al. 2005). Xu et al. a montré que la température de frittage avait des effets importants sur les propriétés supraconductrices de  $MgB_2$ . Ils ont conclu

que la meilleure température de frittage était 700°C mais ont montré l'apparition inattendue d'une phase  $\text{FeB}_2$ . D'autres exemples d'interaction entre un tube et une poudre en frittage ont été donnés par Liang et al. (Liang et al. 2011) qui ont fabriqué des anodes bimétalliques (figure 2.6a) et par Liu et al. (Liu et al. 2009) qui ont fabriqué des piles à combustible à oxyde solide (figure 2.6.b).

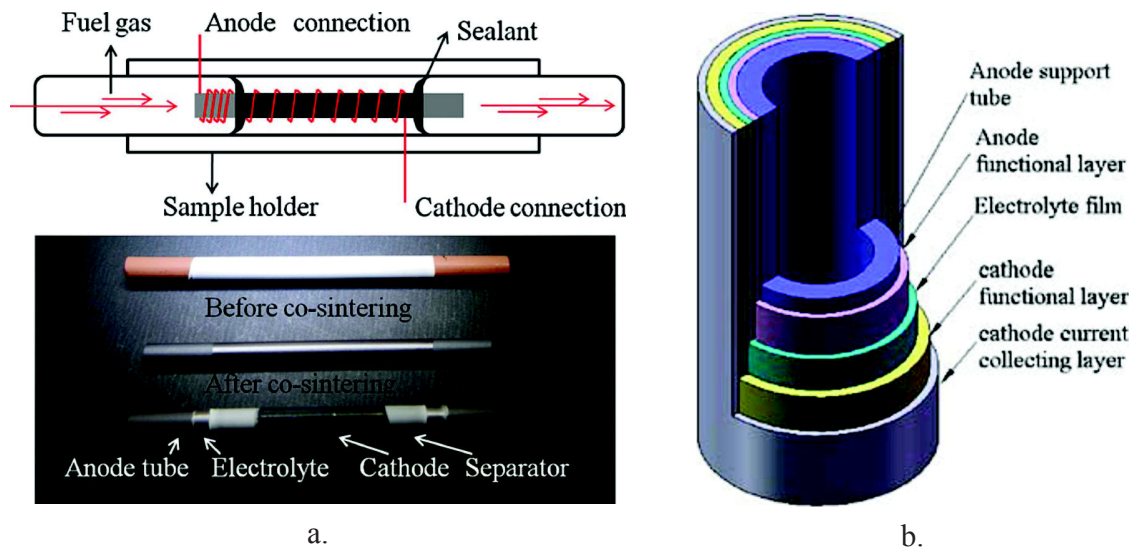
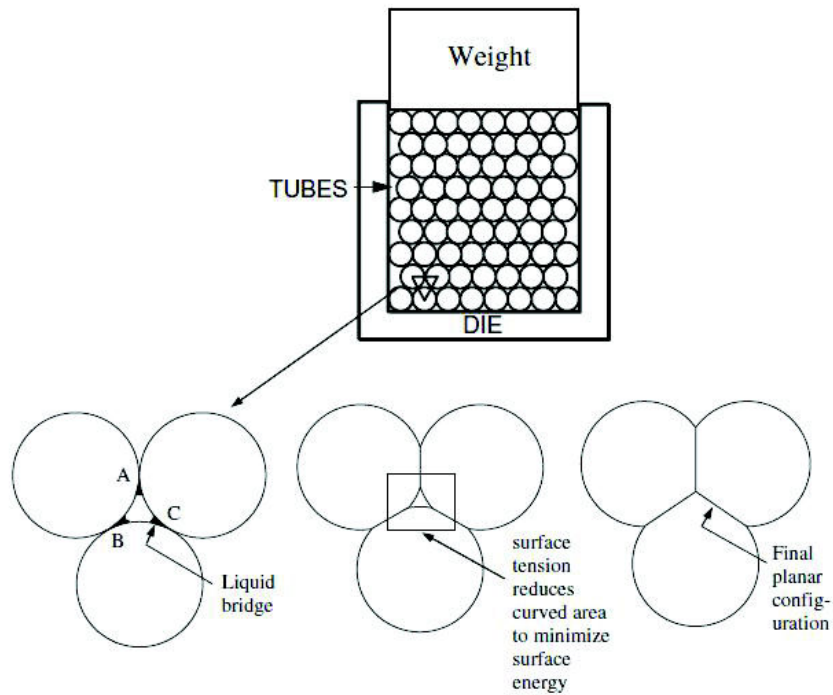
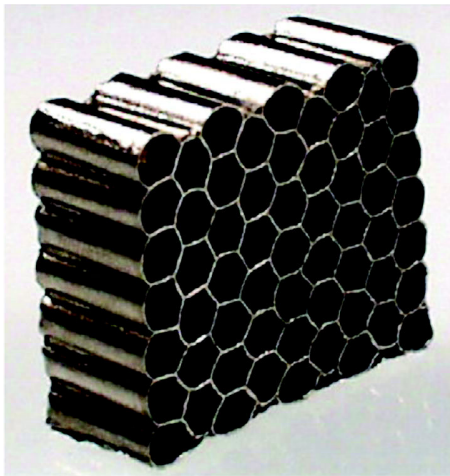


Figure 2.6: Frittage entre un tube et une poudre; a. anode bimétallique; b. pile à combustible à oxyde solide.

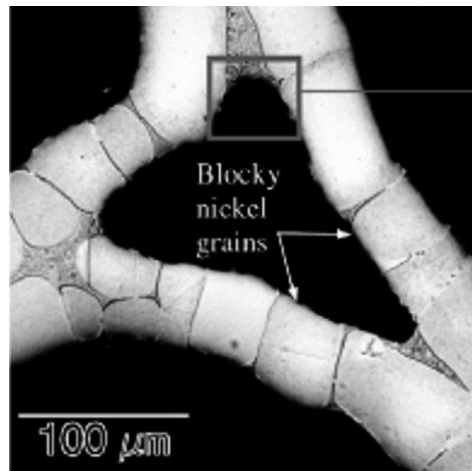
Il existe aussi quelques travaux sur la création d'une liaison entre tubes. Ainsi Oruganti and Gosh (Oruganti et al. 2007) ont fabriqué une structure de type nid d'abeilles par frittage de tubes de Nickel (figure 2.7.b). Les tubes à paroi mince ont été frittés sur une gamme de température entre 925°C à 1000°C pendant des durées de 1h à 2h sous pression s'étalant de 0 MPa à 90 MPa. Une poudre Ni-8wt.%P a été utilisée pour faciliter la formation de la liaison. Les liaisons créées entre les tubes sont acceptables mais les grains sont très gros (figure 2.7.c). L'article ne donne pas d'information sur la résistance mécanique de la liaison frittée, ni sur celle de la structure obtenue.



a.



b.



c.

Figure 2.7: Fabrication de nids d'abeilles à partir de tubes de nickel par frittage (Oruganti et al. 2007); a. Illustration du frittage de tubes; b. Nid d'abeilles créé; c. Observation des liaisons entre tubes.

Récemment, Poillot (Poillot et al. 2010) a étudié la possibilité de joindre des tubes de TiNi par frittage. Il a trouvé qu'une liaison était formée après frittage à 1000°C pendant 1h. Dans la zone



de contact, il observait la formation d'une phase  $Ti_2Ni$  (figure 2.8b) et il a estimé la taille de grains à environ 40 microns (figure 2.8b) alors qu'elle était initialement de 15 microns (figure 2.8a).

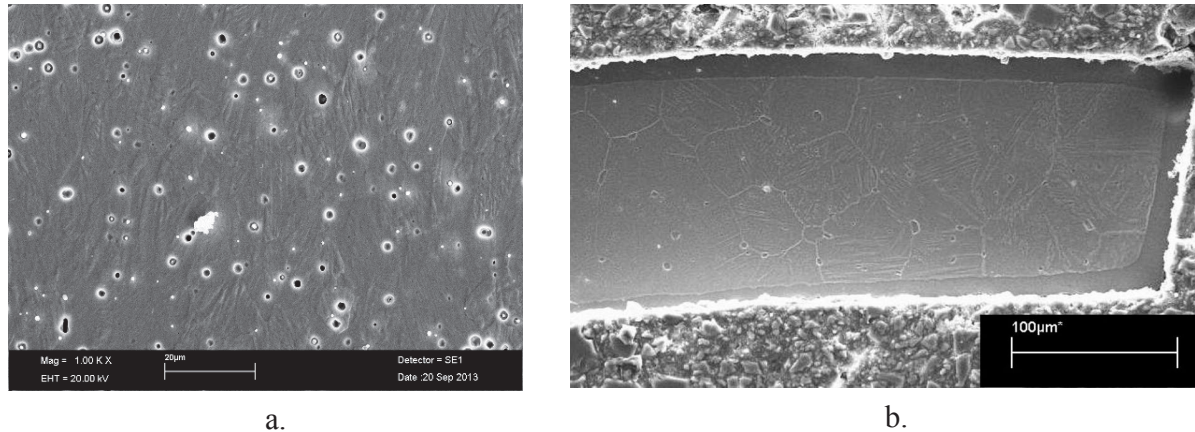


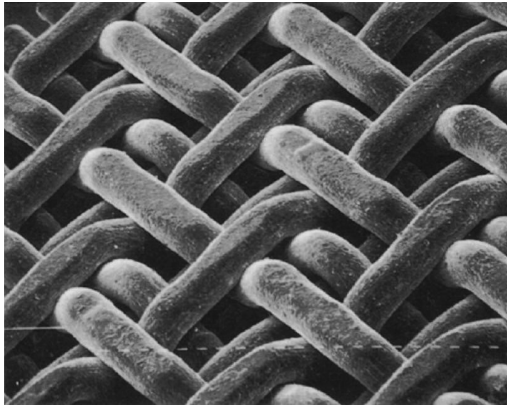
Figure 2.8 : Observation par MEB de tubes frittés en TiNi (Poillot et al. 2010); a. Microstructure initiale; b. Microstructure après frittage.

En bref, on peut créer une liaison par frittage d'un tube avec différents types de structures, tube, poudre. En général, on observe une augmentation de la taille de grains.

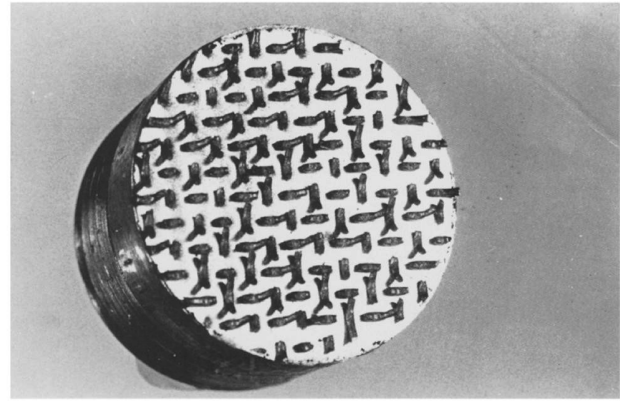
### 2.1.2.2. Liaison entre fils par frittage

On utilise des fils dans de nombreux domaines et ils ont été généralement fabriqués par laminage à chaud, tréfilage ou extrusion. Cependant le frittage peut intervenir dans le processus de fabrication des fils, comme par exemple les fils de  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  (Y123)-Ag (Kim et al. 1997) et les fils de nickel - titane (Butler et al. 2011). En 1986, le frittage a été utilisé pour fabriquer un tissu orienté ordonné (Orderly oriented wire meshes, OOWM) de fils d'alliage de titane ou d'acier pour être implanté dans le corps humain (Ducheyne et al. 1986 b). Un substrat Ti-6Al-4V et un tissu de fils de titane qui ont des diamètres respectifs de 400 et 500 µm, ont été frittés entre 800 et 950°C sous pression de 0,1 MPa à 10 MPa pendant 2 heures dans un four à vide (figure 2.9.a). Ducheyne et Martens ont conclu que la résistance était bonne non seulement entre le fil et substrat mais aussi entre les fils. La résistance à la traction des fils OOWM était de 351 MPa et la liaison interfaciale de plus de 573 MPa (Ducheyne et al. 1986 a).





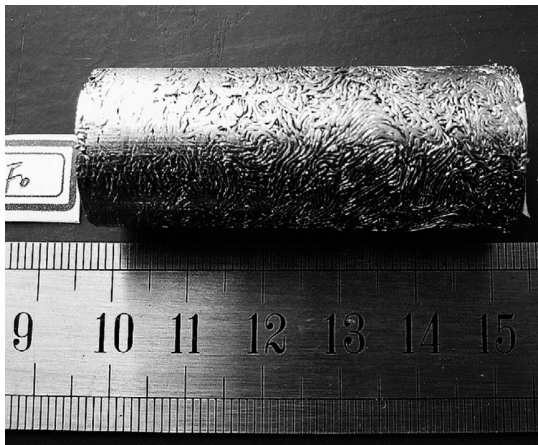
a.



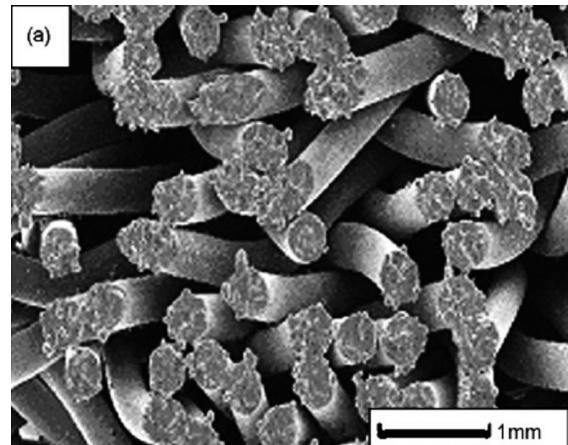
b.

Figure 2.9: Un tissu orienté ordonné de fils d'alliage du titane (a) et ce tissu entre deux substrats en Ti-6Al-4V après un essai de traction (b) (Ducheyne et al. 1986 b).

Un tissu d'acier peut être fabriqué par frittage de fils (Liu et al. 2008). Les fils, qui ont un diamètre de 0.3 mm et une résistance de 390 MPa, sont frittés entre 1100 et 1200°C pendant 3 heures après une mise en forme sous pression de 31.8 à 79.6 MPa (Figure 2.10.a). La microstructure du tissu est présentée dans la figure 2.10.b. La résistance à l'impact du tissu est 45 J/cm<sup>2</sup> (Liu et al. 2009). Sa résistance au cisaillement et son module de cisaillement sont évaluées entre 44 et 103 MPa et entre 47 et 718 MPa, respectivement.



a.



b.

Figure 2.10: Le tissu d'acier (a) et sa microstructure observée par MEB (Liu et al. 2008).

Un autre textile poreux d'acier, nommé laine d'acier, est développé par Masse et al. (Masse et al. 2013). Dans leur travail, les fibres d'acier ont été fabriquées par grattage d'un bloc circulaire, conduisant à des fibres irrégulières en forme et longueur: le diamètre moyen équivalent est de 80 microns et la longueur moyenne de  $5,6 \pm 2,5$  cm. La densité relative de cette laine est comprise

entre 1,5% et 3,5%. Après frittage entre 1300°C et 1400°C pendant des durées de 1 heure à 4 heures, sous atmosphère réductrice (N<sub>2</sub> avec 5%H<sub>2</sub>), la densité relative est comprise entre 4% et 12 %, selon la durée et la température de frittage.

### **2.1.3. Bilan**

Le frittage est une bonne méthode pour fabriquer une liaison entre deux corps solides. Il est normalement appliqué pour consolider des poudres. Il a été quelque fois utilisé avec succès pour former des liaisons entre des tubes ou entre des fils. Cependant, il entraîne souvent des phénomènes secondaires, transformation de phase, grossissement de grains, etc., qui influencent les propriétés mécaniques des matériaux frittés.

Dans la suite nous allons tenter de créer par frittage des liaisons entre des tubes et entre des fils en nickel-titane et étudier les transformations métallurgiques qui en résultent.

## **2.2. Description des essais**

### **2.2.1. Matériaux et dispositifs expérimentaux**

Les tubes utilisés ont été fournis par la société Minitubes SA, Grenoble, France. L'alliage est de composition nominale Ti-50,8at%Ni avec les éléments supplémentaires listés dans le tableau 2.2. Les tubes ont un diamètre extérieur de 6 mm et une épaisseur de 0,12 mm (1<sup>ère</sup> série d'essais) ou de 0,3 mm (2<sup>de</sup> série). Les zones qui risquent d'être en contact pendant le frittage sont polies au papier de verre pour éliminer les oxydes superficiels. Les fils utilisés sont fournis par Fort Wayne Metals, USA. Leur composition nominale est Ti-50,8 at% Ni. Leur diamètre est de 0,5 mm.

Tableau 2.2: Composition chimique des tubes.

Élément	Poids (%)	Mesure de l'incertitude
Ni		$\pm 0,020$
C	$\leq 0,04$	$+ 0,002$
Co	$\leq 0,05$	$+ 0,001$
Cu	$\leq 0,01$	$+ 0,001$
Cr	$\leq 0,01$	$+ 0,001$
H	$\leq 0,02$	$+ 0,0005$
Fe	$\leq 0,05$	$+ 0,01$
Nb	$\leq 0,025$	$+ 0,004$
O	$\leq 0,05$	$+ 0,004$
Ti		

Les essais de frittage sont réalisés dans un dilatomètre de type Setsys fabriqué par SETARAM (figures 2.11). Cet appareil comprend un four qui permet de conduire des cycles de température jusqu'à 1600°C sous atmosphère contrôlée. Une tige en alumine reliée à un dispositif électromagnétique situé en zone froide permet d'appliquer une charge maximale de 350 g sur l'échantillon en cours de frittage et de mesurer la variation de hauteur de cet échantillon.

#### 2.2.1.1. Essai de frittage pour les tubes et fils

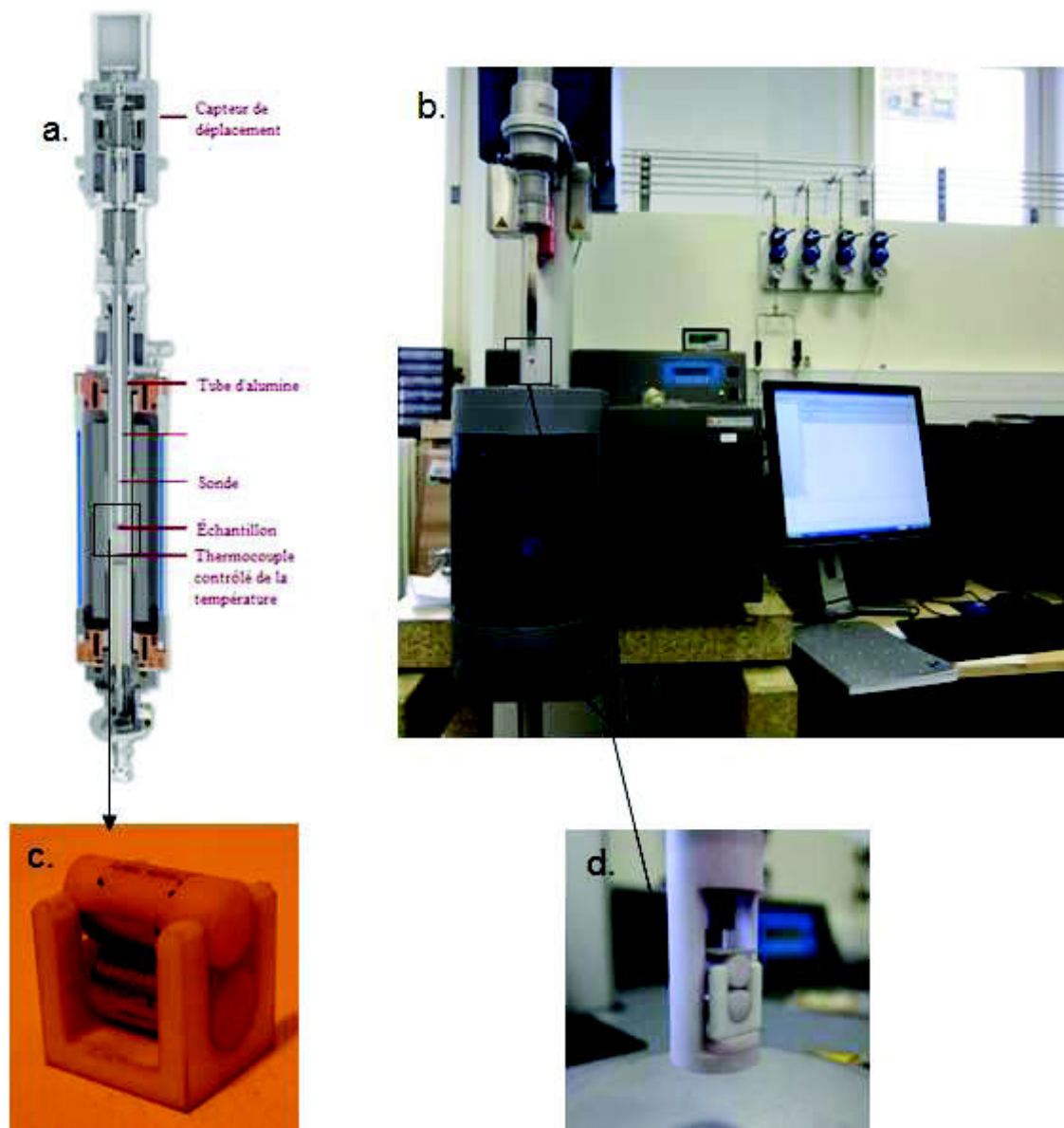


Figure 2.11: Expérience de frittage entre deux demi-tubes; a. schéma du dilatomètre; b. photo du dilatomètre; c. montage des demi-tubes; d. positionnement dans le dilatomètre.

Une pièce spécifique a été fabriquée en alumine pour pouvoir fritter 2 demi-tubes de longueur 11 mm en appliquant une charge sur leur contact linéaire. Le montage est détaillé sur les figures 2.12. Un cylindre en alumine de diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur des tubes est introduit dans chaque tube pour éviter leur déformation quand on applique la charge. Les essais ont été réalisés d'abord avec des demi-tubes. Les résultats obtenus sont présentés dans la suite. Avec l'objectif de pouvoir réaliser des essais de traction pour mesurer la résistance de la liaison

obtenue par frittage, nous avons ensuite tenté de travailler avec des tubes entiers. Nous avons alors rencontré un problème, que nous expliquerons plus tard.

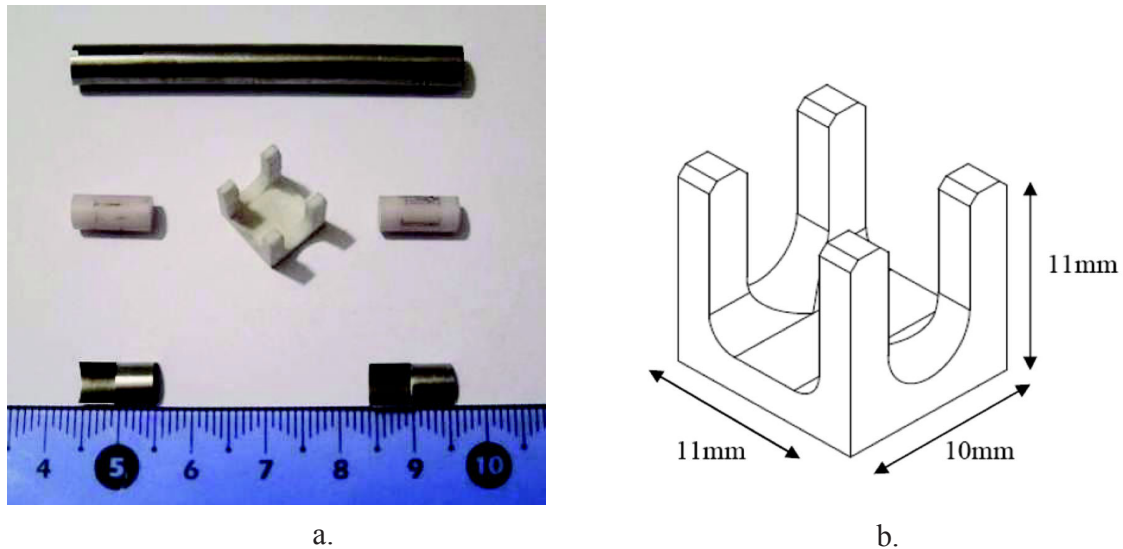


Figure 2.12: Détails du dispositif de montage des tubes; a. Les demi-tubes et les pièces du dispositif de montage en alumine; b. Géométrie de la pièce de support.

Un autre couple de pièces spécifiques en alumine a été fabriqué pour pouvoir fritter des fils de longueur 11 mm en appliquant une charge sur leur contact. Le montage est détaillé sur la figure 2.13.

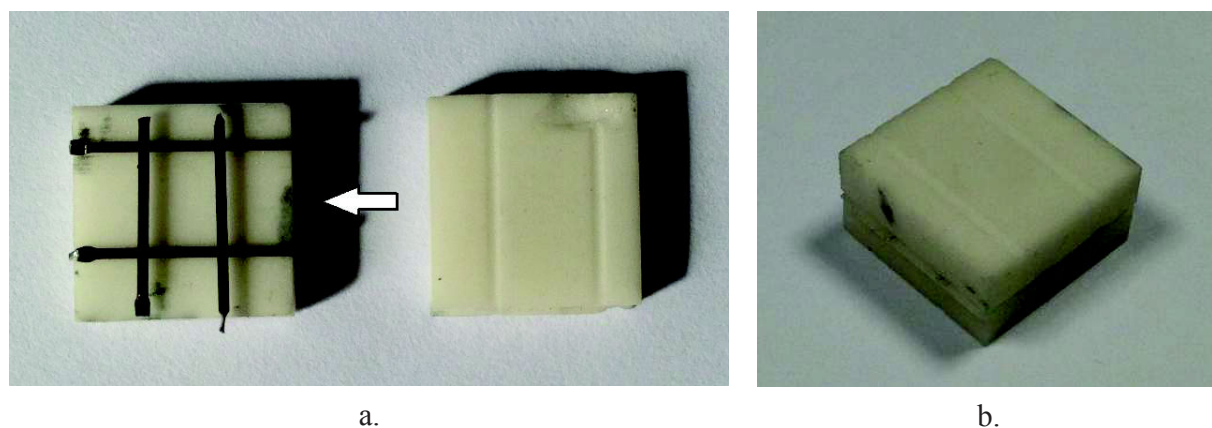


Figure 2.13 : Montage des fils pour le frittage; a. Mise en place; b. Pièces supports.

La figure 2.14 montre un exemple de cycle de frittage comprenant une rampe de chauffage à 20°C/min, un palier de température entre 1000 et 1200°C et la phase de refroidissement. Le cycle réel est très proche du cycle programmé, sauf pour le refroidissement qui est beaucoup plus lent

que la séquence programmée à 100°C/min. C'est le refroidissement naturel, le plus rapide possible pour cet appareil, qui est obtenu. Les essais ont été réalisés sous argon après que plusieurs séquences de vide-balayage aient permis d'éliminer l'oxygène initialement présent dans le four.

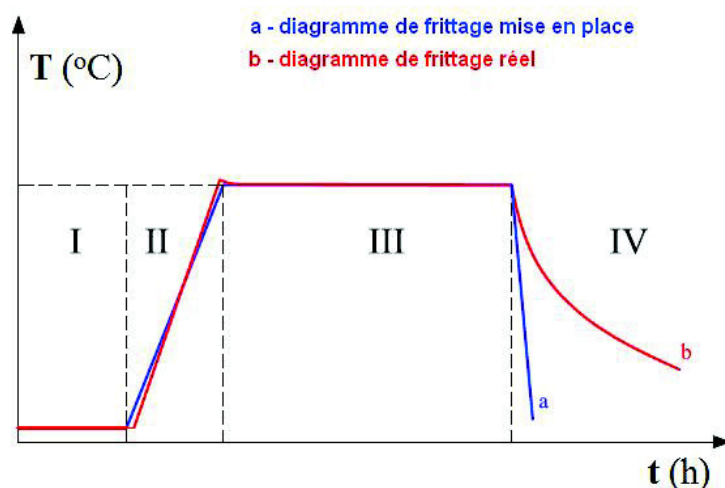


Figure 2.14: Cycle de frittage; I. Vide-balayage; II. Chauffage; III. Maintien; IV. Refroidissement.

## 2.2.2. Les problèmes rencontrés

### 2.2.2.1. L'écartement entre tubes

Un problème que nous avons rencontré est la formation de bavures à l'extrémité des tubes à l'issue de leur découpe. En conséquence le contact initial entre deux tubes n'est pas continu, comme nous l'avons schématisé sur la figure 2.15. Nous n'avons pas pu éliminer complètement ces défauts par polissage. Pour qu'un bon contact s'établisse pendant le frittage il faut une température élevée (donc une viscosité faible) et/ou une forte charge, sachant que nous ne pouvons pas dépasser 350 g avec notre appareil.



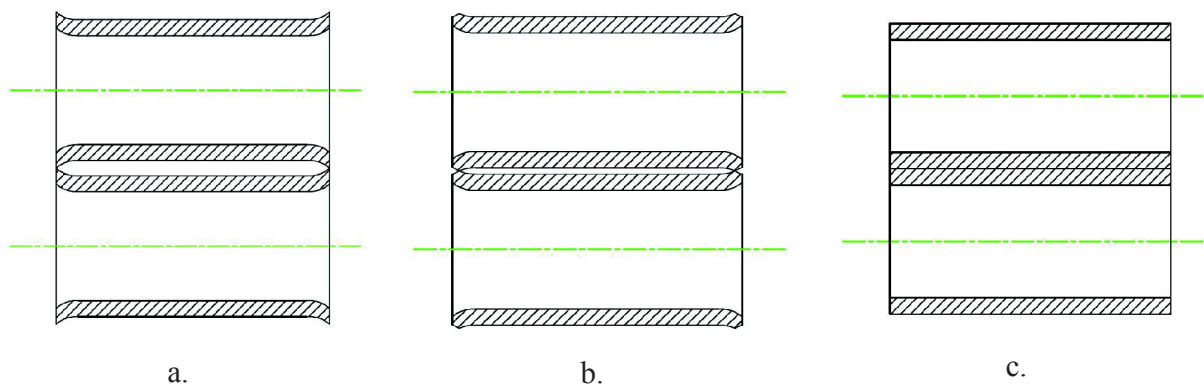


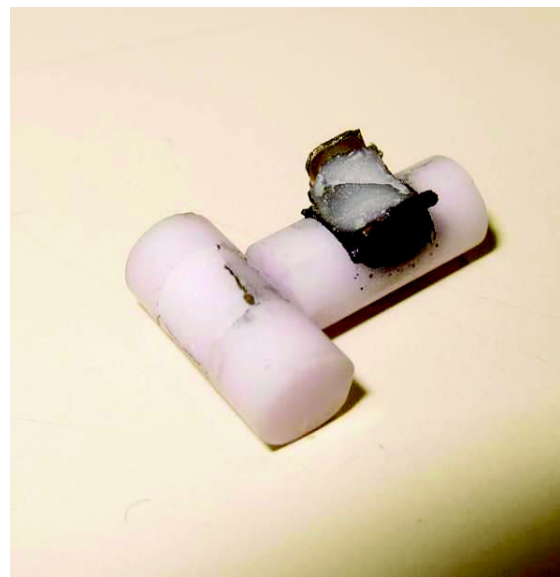
Figure 2.15 : Écartement entre tubes; a. Tube après la coupe; b. Tube rectifié; c. Tube idéal.

### 2.2.2.2. L'interaction entre Ti-Ni et les pièces en alumine

Un autre problème délicat a été la réaction du matériau des tubes avec l'alumine des noyaux, surtout à haute température (cf. figure 2.16). S'agissant des demi-tubes, nous avons toujours réussi à enlever les cylindres d'alumine après frittage. Cela n'a pas été possible après le frittage de 2 tubes entiers, ce qui nous a conduits à abandonner cette configuration. Une solution serait de trouver un autre matériau pour les noyaux ou bien d'appliquer un revêtement sur l'alumine.



a.



b.

Figure 2.16: Liaison entre TiNi et l'alumine lors du frittage de tubes à 1200°C pendant 2h; a. Deux tubes entiers; b. Deux demi-tubes



Le problème de soudage entre TiNi et l'alumine a été aussi rencontré dans les essais de frittage de fils (figure 2.17).

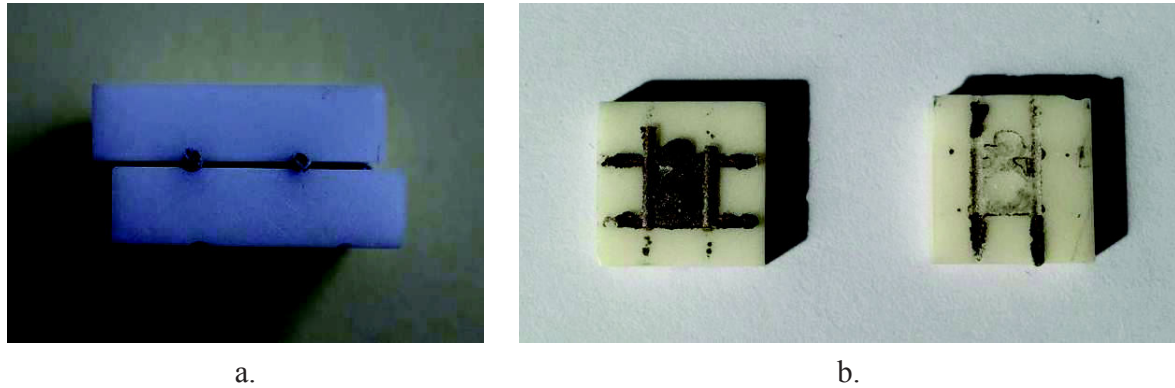


Figure 2.17: Liaison entre TiNi et l'alumine lors du frittage de fils à 1200°C pendant 1h.

### 2.2.3. Analyse de microstructure et composition

Après frittage les échantillons sont insérés dans une résine d'imprégnation, puis polis avec des papiers de verre P120 à P1200, puis avec des pâtes diamantées 6 $\mu$ m à 0,1 $\mu$ m. Différentes attaques chimiques sont ensuite réalisées avec du méthanol ou par électro-polissage avec un mélange HClO<sub>4</sub> + méthanol. Les observations sont effectuées soit avec un microscope optique Olympus BX51, soit avec un microscope électronique à balayage (MEB) Leo S440. Pour les analyses de composition nous avons utilisé le dispositif EDS du MEB.

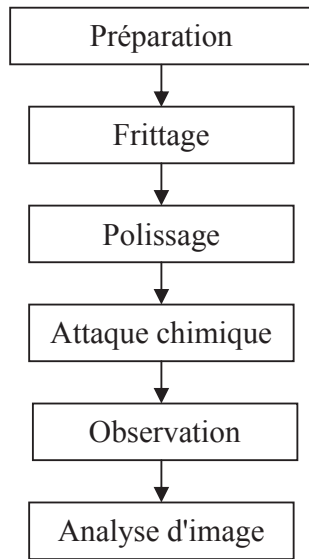
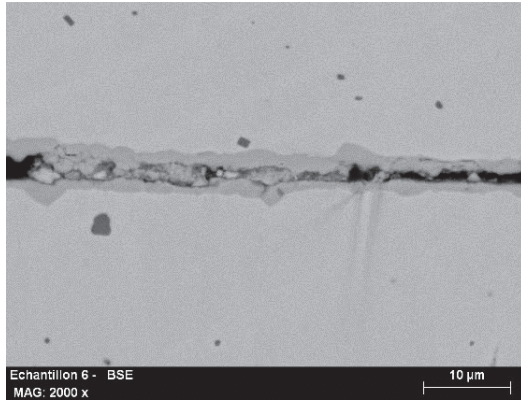
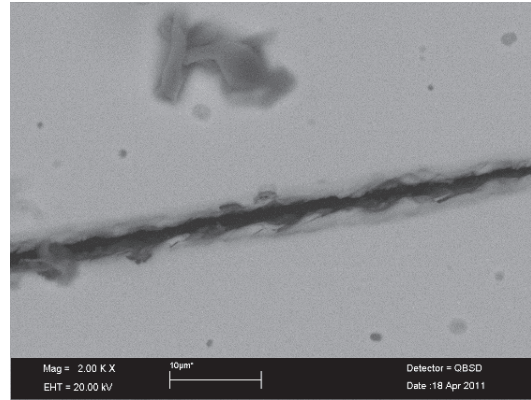


Figure 2.18: Schéma d'analyse de microstructure et de composition; a. La procédure d'analyse; b. Microscope optique Olympus BX51.

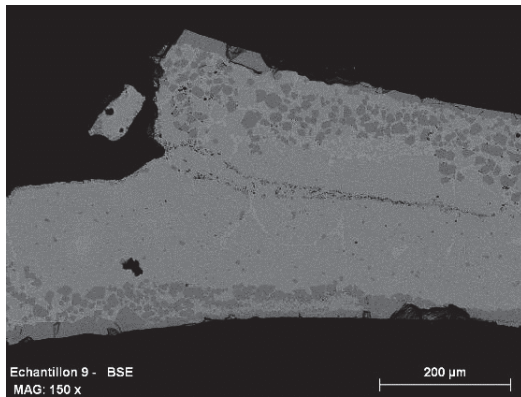
Une préparation de l'échantillon a été réalisée pour obtenir une bonne image de la microstructure. La figure 2.19 présente des exemples de micrographies MEB obtenues après électropolissage à  $-5^{\circ}$  pendant 30 s soit avec du méthanol, soit avec un mélange méthanol + 10%  $\text{HClO}_4$ . Le résultat est le même, donc nous utiliserons le méthanol pur, qui est moins dangereux.



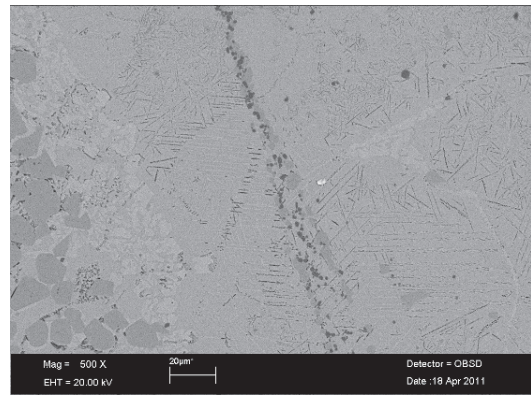
a.  $\times 2000$



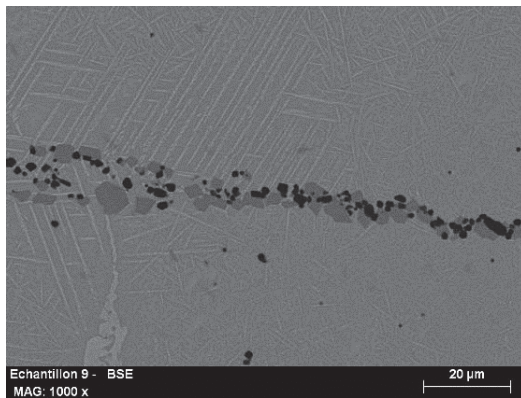
b.  $\times 200$



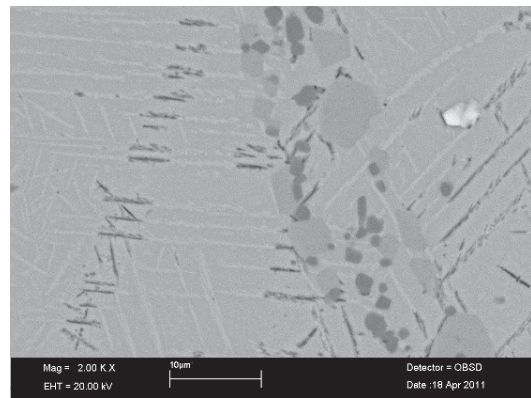
c.  $\times 150$



d.  $\times 500$



e.  $\times 1000$



f.  $\times 2000$

Figure 2.19: Effet de l'attaque chimique sur la visualisation de la microstructure; Polissage par Méthanol (a, c et e); Attaque chimique par solution (b, d et f)

## 2.3. Résultats des essais de frittage entre tubes

### 2.3.1. L'influence des paramètres de frittage sur la liaison

Une série de 9 essais de frittage de tubes a été réalisée avec les températures et temps de palier donnés dans le tableau 2. La vitesse de chauffage était toujours de 20°C/min et la charge appliquée était de 3,5 N.

Table 2.3: les paramètres des expériences de frittage

<div>Durée</div> <div>Température</div>	0h	1h	3h
1100°C	1	2	3
1150°C	4	5	5
1200°C	7	8	9

La figure 2.20 montre les contacts entre tubes observés après chacun de ces essais. A la plus basse température la micrographie montre une séparation des tubes qui peut indiquer que la liaison n'a pas résistée à l'imprégnation avec la résine ou bien qu'il n'y avait pas de contact dans la section de coupe. On observe une véritable liaison seulement après les 3 essais à 1200°C et après l'essai à 1150°C pendant 3 heures. La liaison semble particulièrement forte après 3 heures à 1200°C. Cependant, à 1200°C, le matériau est fragile. Nous avons cassé des tubes en les manipulant.

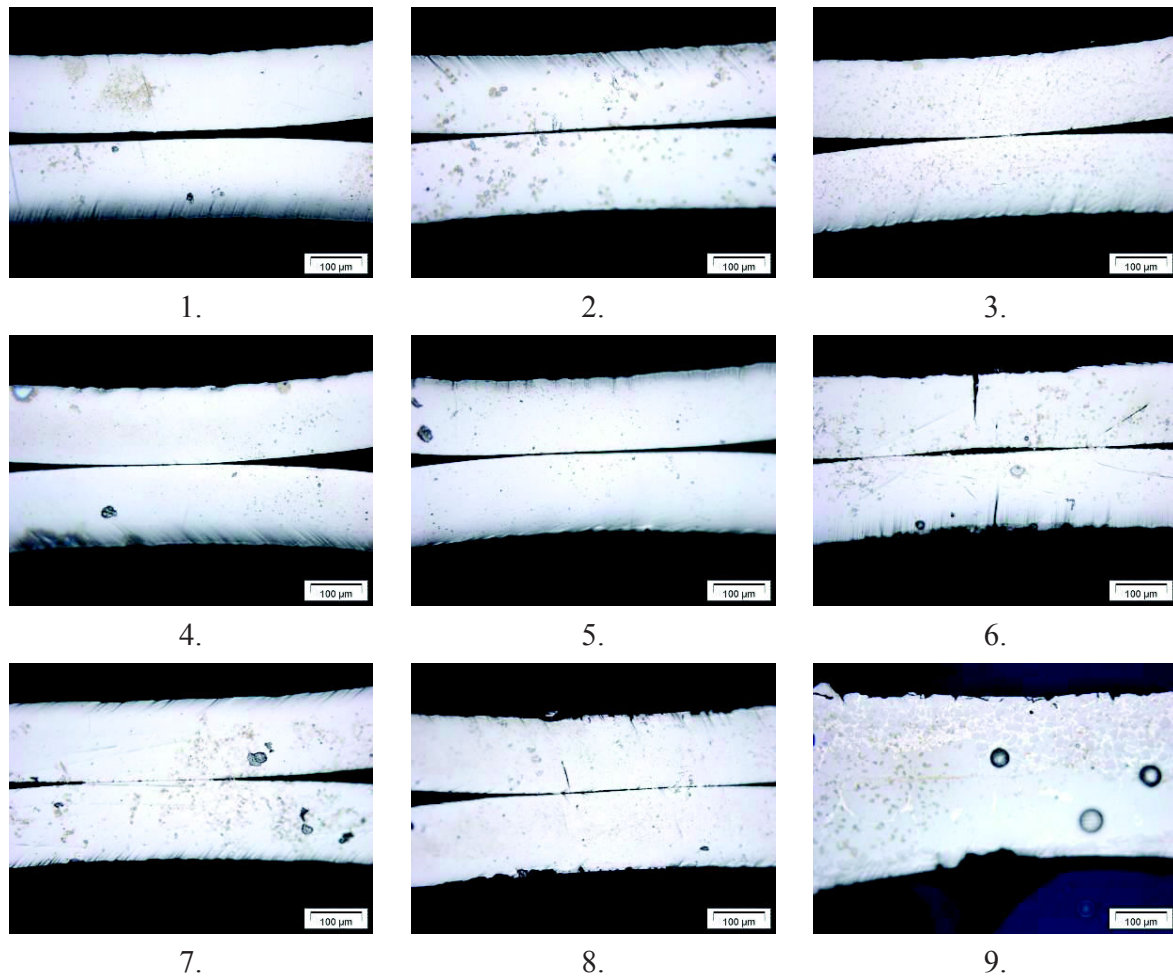
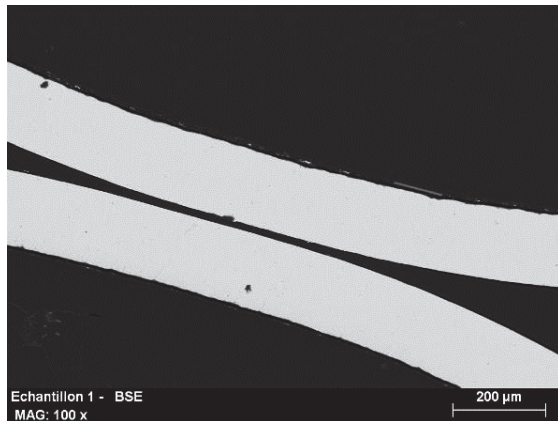


Figure 2.20: Observation de la liaison par microscope optique; 1. 1100°C-0h; 2. 1100°C-1h; 3. 1100°C-3h; 4. 1150°C-0h; 5. 1150°C-1h; 6. 1150°C-3h; 7. 1200°C-0h; 8. 1200°C-1h; 9. 1200°C-3h.

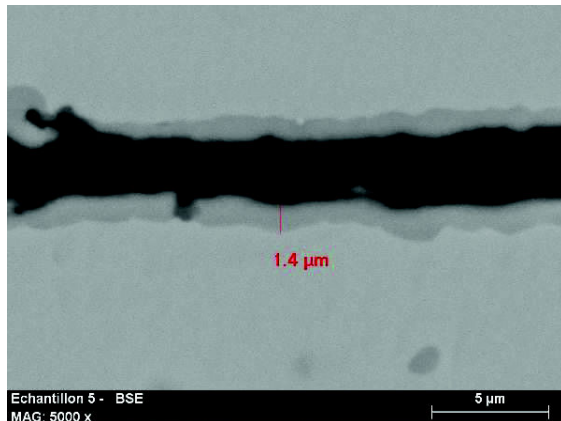
### 2.3.2. Observation des différentes phases par MEB

Dans le voisinage du contact, on observe toujours 3 phases de couleurs respectives, gris clair, gris foncé et noire (figure 2.21). La couleur gris clair, majoritaire, correspond a priori à la phase nominale du matériau. La couleur gris foncé visualise une 2<sup>ème</sup> composition dans une couche en bordure du tube, d'épaisseur comprise entre 1 et 2 µm. Dans le cas 1150°-3h, par exemple, la zone noire peut être la résine située entre les 2 tubes ou bien une nouvelle phase du matériau mais dans le cas 1200°-3h elle semble bien visualiser une nouvelle phase. Dans la 4<sup>ème</sup> photo, correspondant à la température et au temps de frittage maximum, une phase encore plus claire, qui sera dite blanche, apparaît.

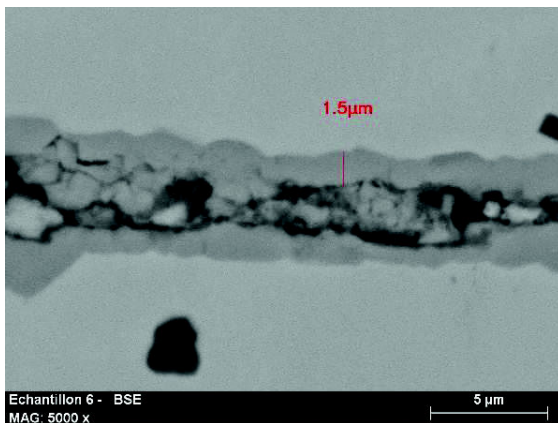




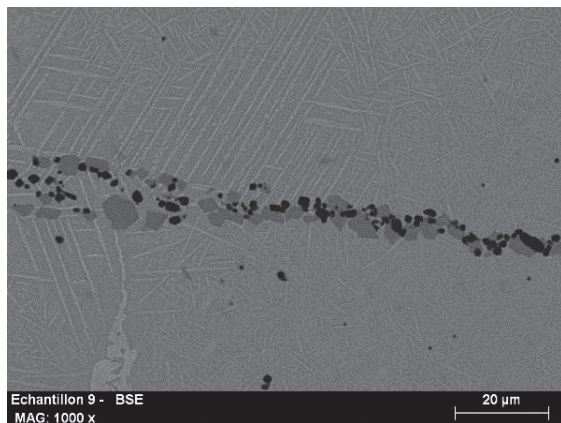
a.



b.



c.



d.

Figure 2.21: Observation de la liaison par MEB; a. 1100°C - 0h  $\times 100$ ; b. 1150°C - 1h  $\times 5000$ ; c. 1200°C - 1h  $\times 5000$ ; d. 1200°C - 3h.

Nous avons trouvé qu'une couche gris foncé, de plus grande épaisseur, 3-4  $\mu\text{m}$ , existait également à la périphérie du tube, loin de la zone de contact (figure 2.22). L'épaisseur ne semble pas dépendre des conditions de frittage.

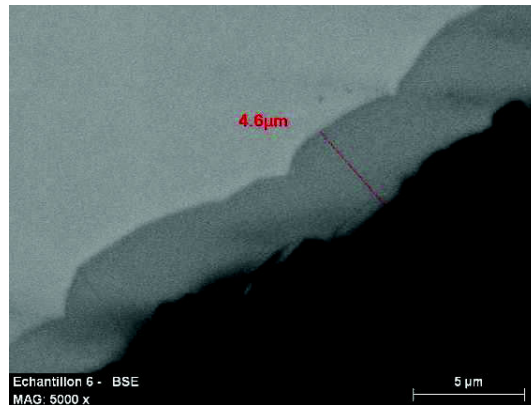


Figure 2.22: Observation de la périphérie d'un tube (1200°C-1h,  $\times 5000$ ).

Pour suivre l'effet du temps de frittage sur l'évolution du contact à 1200°C, nous avons réalisé un essai supplémentaire avec un temps de palier de 2h. La figure 2.23 montre 3 contacts obtenus après 1h, 2h et 3h de frittage. Après 1h, on observe une soudure partielle des couches gris foncé des 2 tubes. Après 2h, la liaison est continue. La zone de contact comprend plusieurs couches alternativement gris clair et gris foncé. Après 3h, les couches gris foncé se sont morcelées et des inclusions noires apparaissent. La phase blanche n'est visible que pour le temps le plus long.

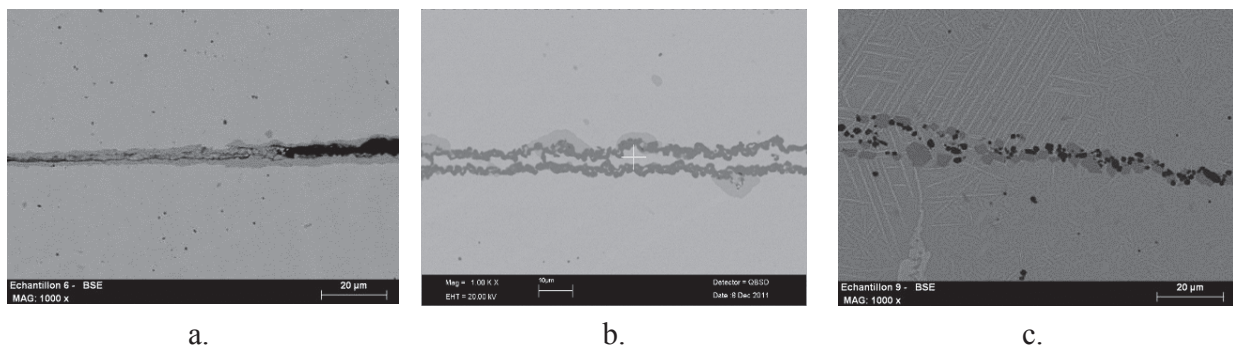


Figure 2.23: Influence de la durée de frittage sur la création de la liaison; a. 1200°C-1h ( $\times 1000$ ); b. 1200°C-2h ( $\times 1000$ ); c. 1200°C-3h ( $\times 1000$ ).

### 2.3.3. Composition des différentes phases

On présente dans la figure 2.24 les spectrométries aux rayons X de dispersion d'énergie (EDS) permettant d'évaluer la composition des différentes zones observées. Comme prévu, les zones gris clair contiennent l'alliage TiNi quasi-équiatomique. Dans les zones gris foncé les atomes de Ti sont environ 2 fois plus nombreux que ceux de Ni. Cependant le composé  $Ti_2Ni$  ne



peut pas se former au-dessus de 984 °C, figure 1.3 (Massalski 2007). Il est plus probable que nous avons un oxyde  $Ti_2NiO$  mais la méthode utilisée ne permet pas de conclure de façon certaine. Le calcul du nombre d'atomes suggère que la phase blanche est  $Ti_2Ni_3$  ou  $Ti_3Ni_4$ .

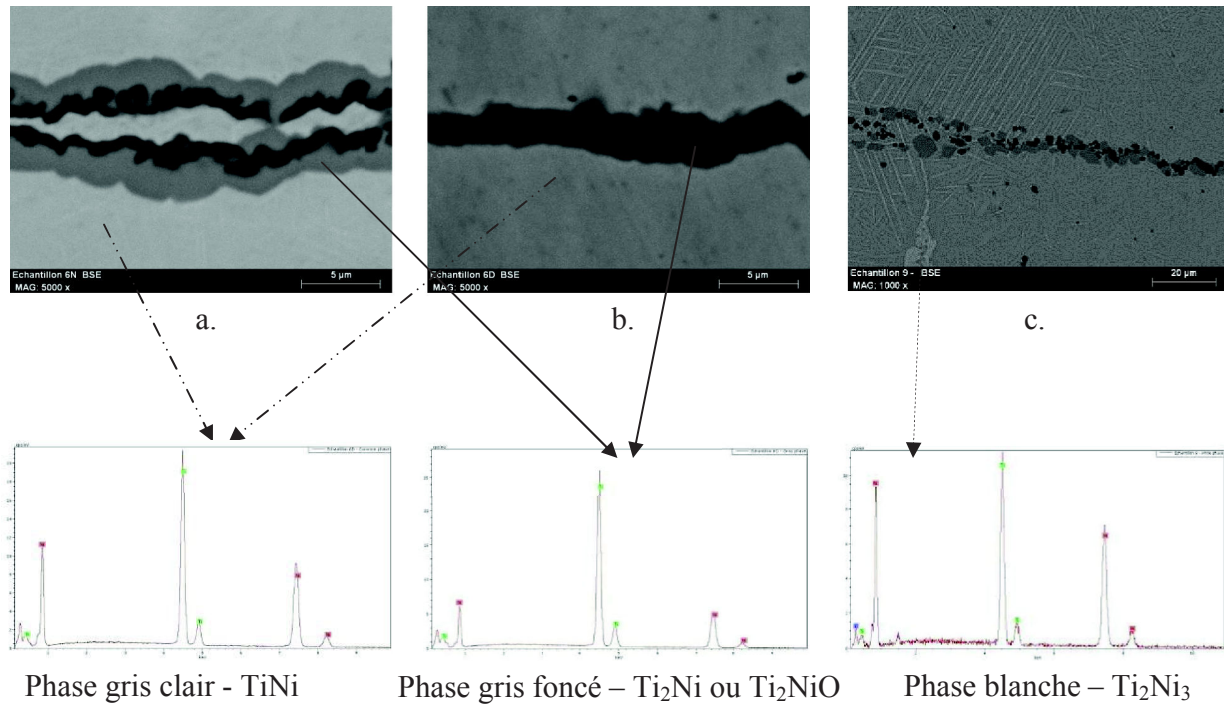


Figure 2.24: Composition des phases dans la zone de liaison obtenue par spectrométrie EDS; a. 1150°C-3h ( $\times 5000$ ) section transversale; b. 1150°C-3h ( $\times 5000$ ) section longue ; c. 1200°C-3h ( $\times 1000$ ) section longue.

Nous avons vérifié que la couleur noire observée à l'intérieur des zones de contacts après un frittage long ne correspondait pas à de la résine infiltrée. En effet la composition de cette phase ne correspond pas à une analyse effectuée dans une zone où nous sommes sûrs qu'il y a de la résine. Cependant nous n'avons pas pu identifier une phase associée à cette composition.

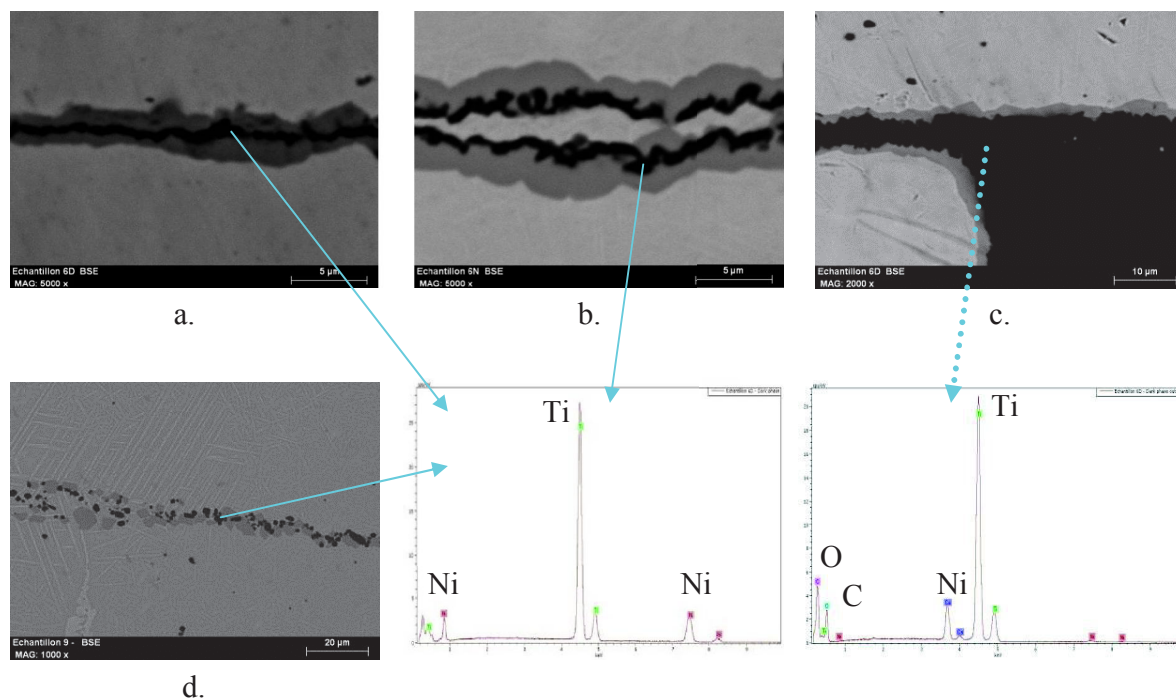


Figure 2.25: Détermination de la composition de la phase noire; a. 1150°C-3h ( $\times 5000$ ) section longue; b. 1150°C-3h ( $\times 5000$ ) section transversale; c. 1150°C-3h ( $\times 2000$ ) section longue; d. 1200°C-3h ( $\times 5000$ ) section transversale.

### 2.3.4. Analyses DSC

Afin de choisir un cycle thermique pour l'homogénéisation des tubes frittés nous avons effectué une analyse DSC d'échantillons (figure 2.26) prélevés dans des tubes après chauffage à différentes températures, entre 900 °C et 1200 °C (tableau 2.4 et 2.5) pendant différents temps. Pour le matériau chauffé à 1200°C, on n'observe pas de transformation. Pour les 2 autres températures, nous avons tiré des diagrammes DSC la chaleur latente de transformation de phase pendant le chauffage et le refroidissement et les températures de transformation. Cette chaleur latente diminue quand la durée et la température du traitement thermiques augmentent (cf. figure 2.27). Nous en déduisons que la température la plus basse, 900° et le temps le plus court, une heure, sont les meilleures conditions pour le traitement d'homogénéisation, pour lesquelles la fraction de matériau transformée sera maximale, conduisant à des chaleurs de transformation de 8,7 J/g pour le chauffage et de 7,4J/g pour le refroidissement. Ces valeurs de chaleurs sont faibles par rapport à celles couramment mesurées pour un alliage NiTi à l'état recuit.

Sample: NiTi halfube 900C-1h  
Size: 18.3000 mg  
Method: Heat/Cool/Heat

DSC

File: C:\...\Dung\NiTi halfube 900C-1h.001  
Operator: Dung DO Thanh  
Run Date: 16-Jun-2011 10:42  
Instrument: DSC Q200 V24.4 Build 116

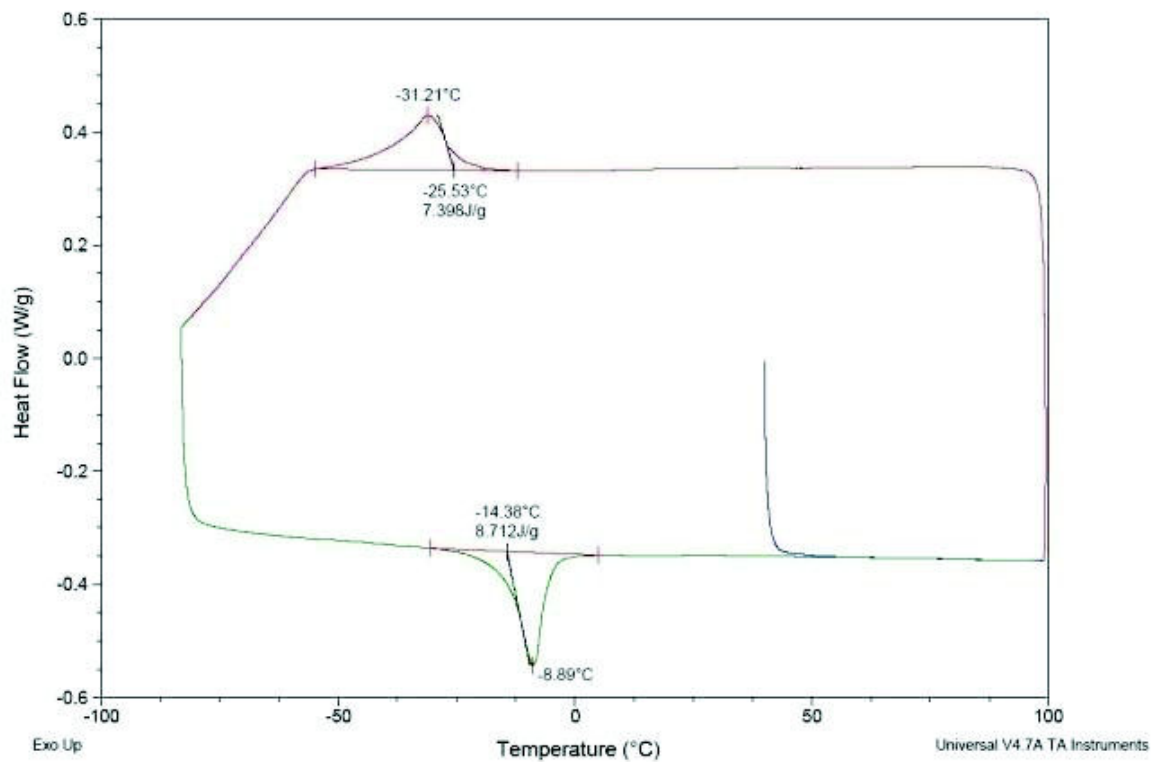


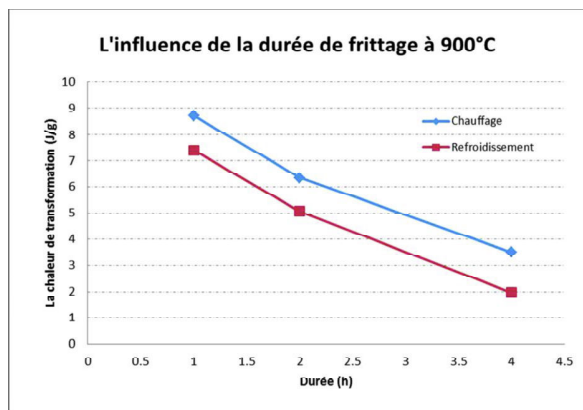
Figure 2.26: Analyse DSC d'un échantillon fritté à 900°C pendant 1h.

Table 2.4: Résultats d'expériences DSC sur des échantillons frittés à 900°C

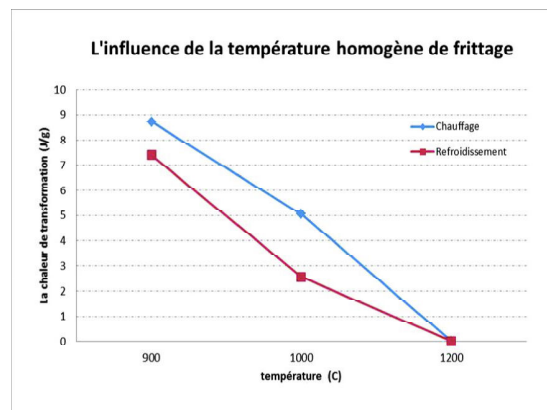
Durée Valeur	1 h		2 h		4 h	
	chauffage	refroidis- sement	chauffage	refroidis- sement	chauffage	refroidis- sement
Chaleur latente (J/g)	8.712	7.398	6.341	5.057	3.503	1.960
Température de transformation (°C)	-14.38	-31.21	-17.37	-33.45	-20.01	-35.48
	-8.89	-25.53	-8.20	-28.70	-12.88	-33.78

Table 2.5: Résultats d'expériences DSC sur des échantillons frittés pendant 1 heure

Température Valeur	900 °C		1000 °C		1200 °C	
	chauffage	refroidis- sement	chauffage	refroidis- sement	chauffage	refroidis- sement
Chaleur latente (J/g)	8.712	7.398	5.05	2.561	0	0
Température de transformation (°C)	-14.38	-31.21	19.06	33.88	0	0
	-8.89	-25.53	12.20	30.04	0	0



a.



b.

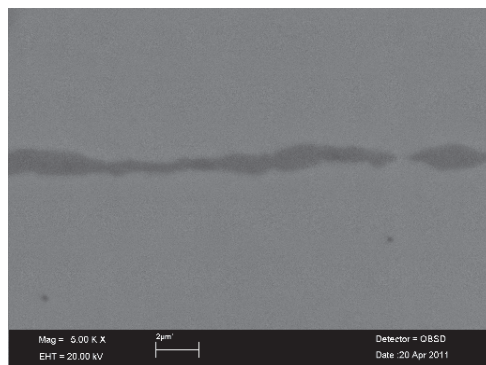
Figure 2.27: Influence des paramètres de DSC sur la chaleur latente; a. Influence de la durée de frittage à 900°C; b. Influence de la température homogène de frittage.

### 2.3.5. Influence du traitement d'homogénéisation sur la transformation de phase

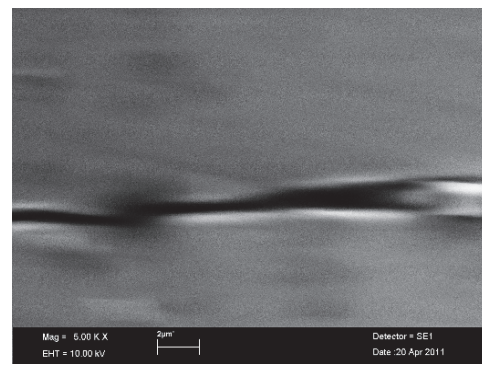
Un traitement d'homogénéisation à 900°C et 1000°C pendant 1 ou 2 heures a été réalisé sur des tubes frittés à 1200°C (tableau 2.6). On observe clairement un effet de ce traitement sur la microstructure. La liaison entre les 2 tubes est maintenant définie par une seule phase gris foncé d'1 à 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Table 2.6: Paramètres des expériences d'homogénéisation et types de microstructures résultantes en référence avec la Figure 2.28.

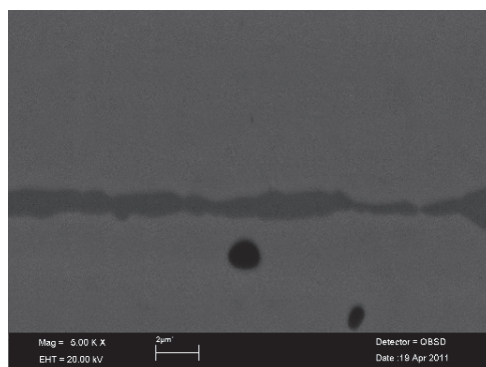
Homogénéisation Frittage		900°C		1000°C	
		1 heure	2 heures	1 heure	2 heures
1200°C	1 heure	Fig 2.28.a	Fig 2.28.b	Fig 2.29.e	Fig 2.29.f
	2 heures	Fig 2.28.c	Fig 2.28.d		



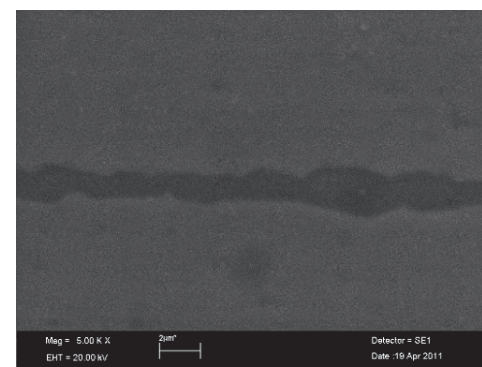
a.



b.



c.



d.

Figure 2.28: Influence du traitement d'homogénéisation à 900°C sur la microstructure dans la zone de liaison; a. 1200°C-1h, 900°C-1h; b. 1200°C-1h, 900°C-2h; c. 1200°C-2h, 900°C-1h; d. 1200°C-2h, 900°C-2h.



Nous avons analysé cette phase, ainsi que les phases de même couleur qui apparaissent à la surface des tubes qui étaient en contact avec les cylindres d'alumine et à leurs extrémités. Leurs compositions sont identiques et supposées être celles de  $Ti_2NiO$ . La phase centrale, gris clair, est toujours TiNi.

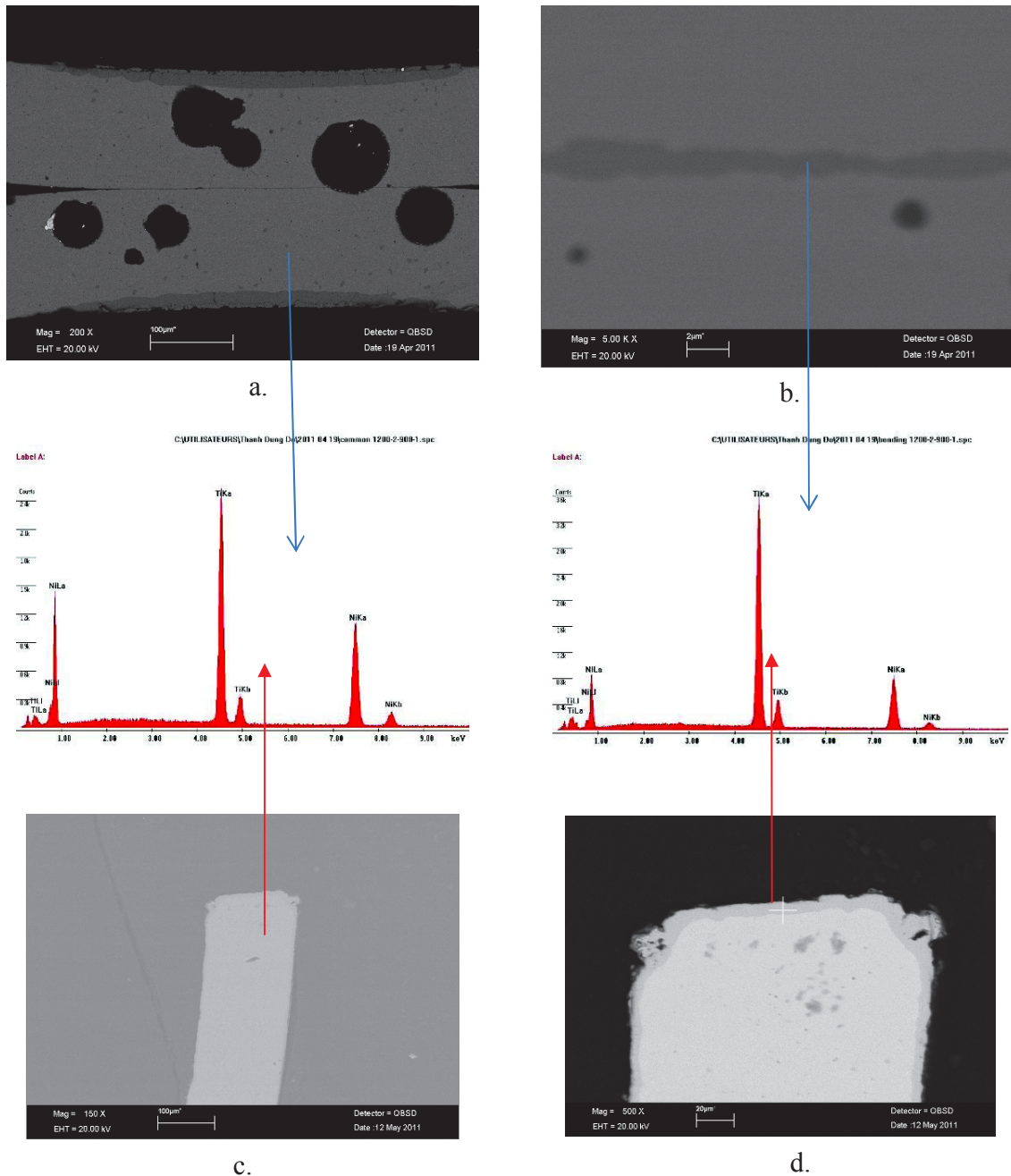


Figure 2.29: Composition de différentes zones d'échantillons homogénéisés; a. Zone de liaison, 1200°C-2h/900-1h; b. Zone de liaison, 1200°C-2h/900-1h; c. Zone au bord, 1200°C-1h /1000°C-2h; d. Zone au bord, 1200°C-1h/1000°C-2h.

### 2.3.6. Analyse de la transformation de phase pendant le frittage

La figure 2.30 schématise les différentes situations rencontrées. Initialement les tubes sont homogènes. A l'issue d'un traitement de frittage court et du traitement d'homogénéisation, la phase gris foncé, considérée comme  $\text{Ti}_2\text{NiO}$ , n'est présente qu'aux extrémités des tubes et dans le voisinage du contact entre eux et avec les noyaux en alumine. Après un frittage long, cette phase forme une peau qui couvre toute la surface des tubes.

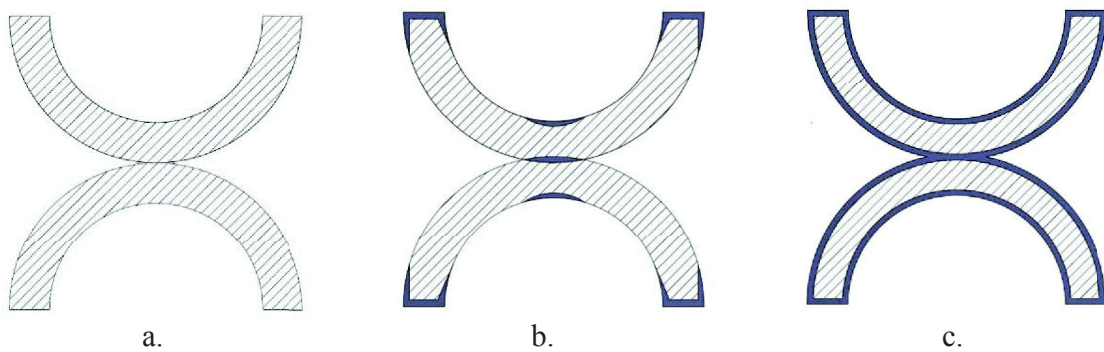


Figure 2.30: Distribution de la phase gris foncé ( $\text{Ti}_2\text{NiO}$ ) suivant l'augmentation de la durée de frittage; a. Échantillon initial; b. Frittage court; c. Frittage long.

Nous avons bien trouvé de l'alumine à la surface des tubes en contact avec les cylindres d'alumine, comme nous l'évoquions précédemment (Figure 2.31).



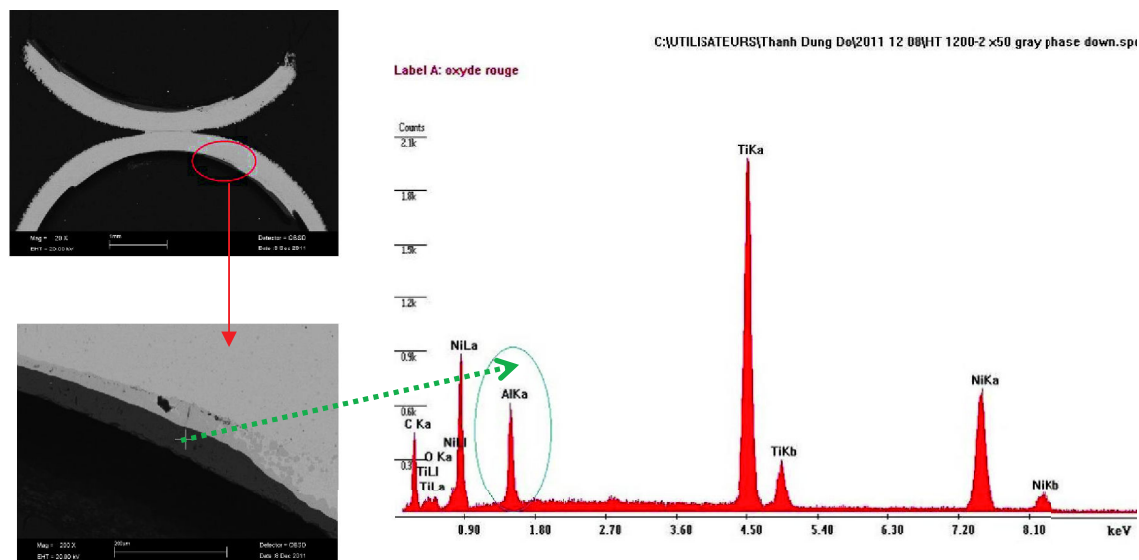


Figure 2.31: Analyse de composition dans la zone de contact entre TiNi et l'alumine après frittage à 1200°C pendant 2h.

### 2.3.7. Analyse de l'évolution de la liaison durant le frittage

La figure 2.32 schématise notre représentation du frittage de 2 tubes. Initialement les tubes ont des contacts ponctuels, principalement à leurs extrémités, à cause des bavures issues de la découpe (cf. figure 2.15). Pendant le frittage sous charge ces contacts se développent, d'autant mieux que la température est élevée et le temps de frittage long. Une phase supposée être  $Ti_2NiO$  se forme dans le voisinage des contacts, probablement à cause de l'oxygène résiduel dans l'atmosphère du four. Cette phase réagit avec la phase standard TiNi et à l'issue du frittage les zones de contact incluent plusieurs phases arrangées de façons diverses.

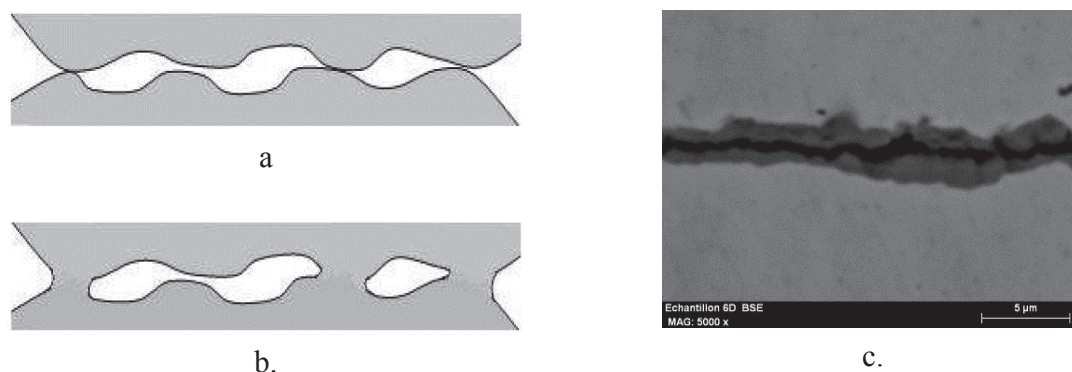


Figure 2.32: Evolution de la liaison durant le frittage dans la longueur du tube; a. Avant le frittage. B. Après le frittage; c. Zone frittée suivant la section longue.

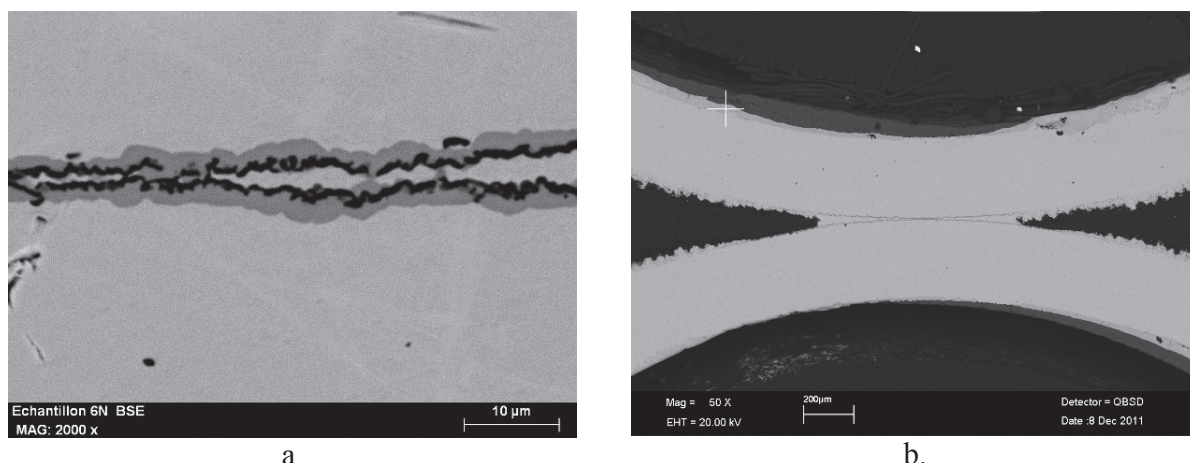


Figure 2.33: Evolution de la liaison durant le frittage suivant la section transversale du tube;  
a. 1150 °C-3h; b. 1200°C-2h.

### 2.3.8. Bilan

Nous avons donc réussi à créer par frittage sous charge des liaisons entre des demi-tubes en TiNi. La liaison semble forte pour la température et le temps de frittage de 1200°C et 2 heures, respectivement. La zone de liaison comprend différentes phases arrangées de façon complexe. Les surfaces des tubes loin de la zone de contact ont également subi une transformation de phase. La composition s'homogénéise après un traitement thermique à 900°C mais il reste dans différentes zones du tube, en plus de la phase TiNi, une phase que nous supposons être  $Ti_2NiO$ . Pour poursuivre dans cette direction, nous avons essayé de fritter des tubes complets, dont nous pourrions tester ensuite la liaison par des essais mécaniques. Nous avons alors rencontré le problème de la soudure des noyaux en alumine, que nous n'avons pas réussi à résoudre. En tenant compte de ce problème et de la difficulté d'obtention d'un matériau homogène, nous avons décidé d'abandonner la voie du frittage et de nous orienter vers le soudage.

La pression pendant le frittage peut avoir un rôle important dans la croissance de la liaison et la réduction de la formation de phases néfastes parce qu'elle détermine le nombre des points contacts locaux. Malheureusement nous ne pouvons pas dépasser une charge de 350 g avec notre dilatomètre.

## 2.4. Expériences de liaison entre fils

Le tableau 2.7 donne les conditions dans lesquelles nous avons tenté de fritter 2 ou 4 fils entre eux. En dessous de 800°C, le frittage n'a pas créé de liaison. Au-dessus de cette température, nous avons obtenu une liaison, d'autant plus forte que la température était élevée. A 1200°C, la liaison semble solide mais le phénomène de réaction entre TiNi et l'alumine, déjà observé à cette température sur les tubes, a conduit à un collage des fils sur la plaque support.

Tableau 2.7: Conditions dans les expériences de frittage du fils

No	Température (°C)	Temps (min)	Charge (gram)	Atmosphère	Notes obtenues
1	700	60	350	Argon	pas de liaison
2	750	60	350	Argon	pas de liaison
3	800	60	350	Argon	liaison trop faible pour manipuler
4	900	60	350	Argon	liaison trop faible pour manipuler
5	1000	60	350	Argon	liaison faible
6	1000	60	30	Argon	liaison faible
7	1000	600	30	Argon	liaison faible
8	1100	60	350	Argon	liaison faible
9	1100	60	30	Argon	liaison faible
10	1200	60	350	Argon	Bonne liaison mais les fils ont collé sur la plaque d'alumine

### 2.4.1. Observation de la liaison des fils par MEB

Les figures 2.34 présentent des micrographies obtenues après frittage à 800, 900 ou 1000°C. Alors que tous les fils étaient suffisamment soudés entre eux pour que nous puissions les manipuler sans rompre leur liaison, nous ne distinguons pas de contact sur les photos. Nous en déduisons que les zones de soudure sont de taille réduite et que nous n'avons pas eu la chance qu'elles soient situées dans nos plans d'observation.

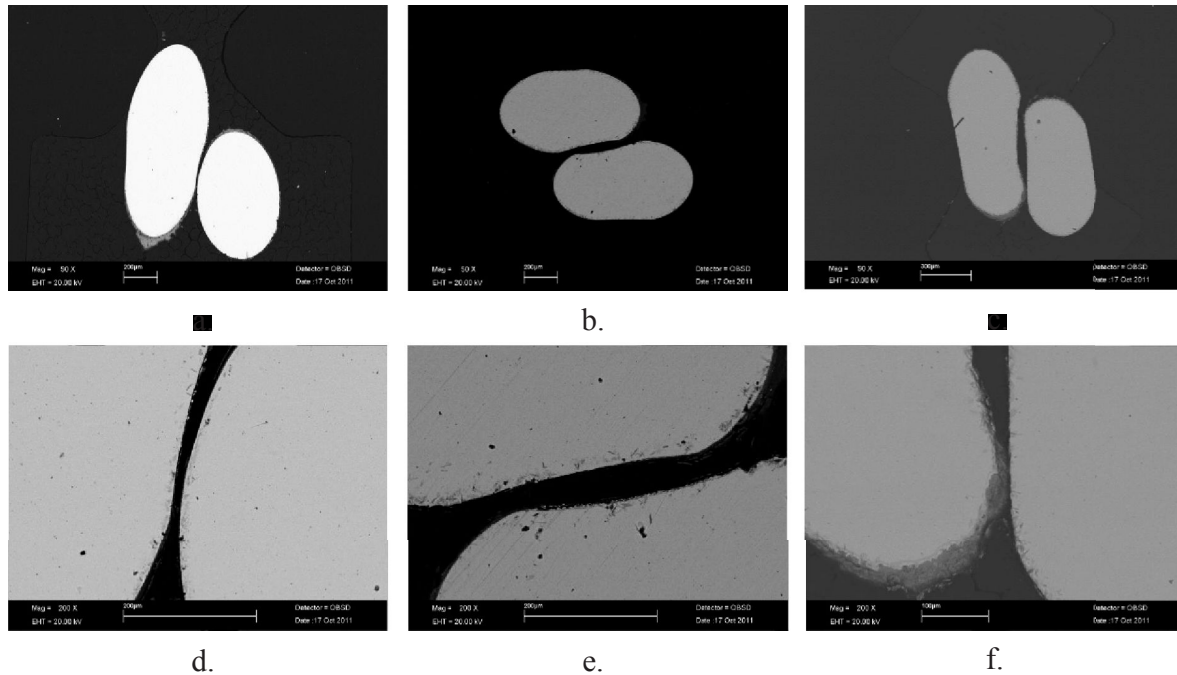


Figure 2.34: Influence de la durée de frittage sur la création de la liaison entre fils; a. 800°C-1h,  $\times 50$ ; b. 900°C-1h,  $\times 50$ ; c. 1000°C-1h,  $\times 50$ ; d. 800°C-1h,  $\times 200$ ; e. 900°C-1 h,  $\times 200$ ; f. 1000°C - 1h,  $\times 200$ .

#### 2.4.2. Composition de la zone de liaison entre fils

Des analyses EDS dans les zones des fils les plus proches du contact supposé montrent, comme pour les tubes, une microstructure complexe, avec différentes phases, qui pourraient être, en plus de TiNi, TiNi<sub>3</sub>, Ti<sub>2</sub>Ni, Ti<sub>2</sub>NiO, Ti, ...

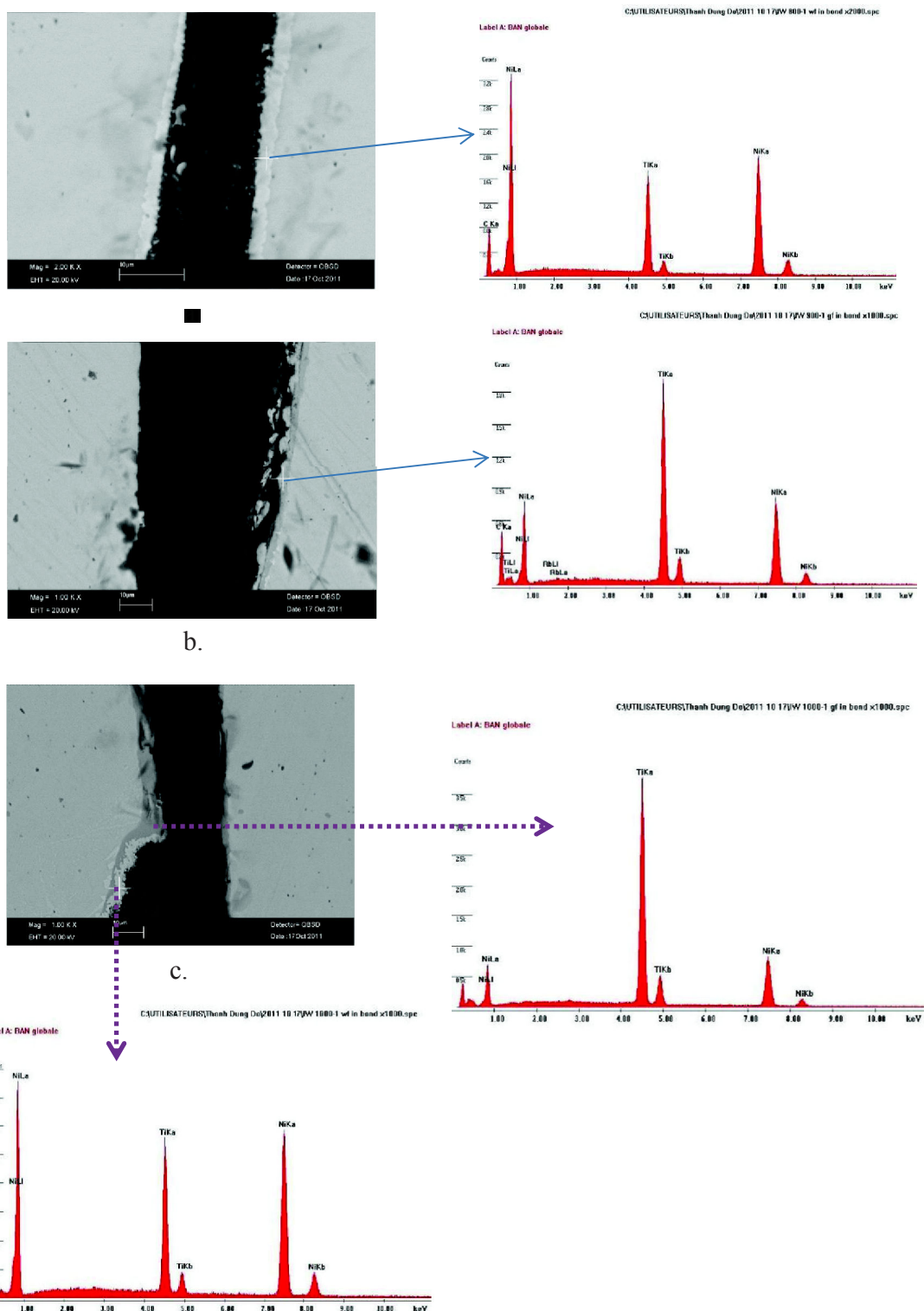


Figure 2.35: Composition dans la surface de fil fritté suivant l'augmentation de température; a. 800°C-1h,  $\times 2000$ ; b. 900°C-1h,  $\times 1000$ ; c. 1000°C - 1h,  $\times 1000$ .

### 2.4.3. Bilan

Nous avons donc réussi à créer par frittage sous charge faible des liaisons entre des fils en TiNi. La liaison semble limitée pour une température inférieure à 1200°C et la durée de frittage sous pression faible à 1000°C n'augmente pas la résistance de la liaison. À 1200°C, nous trouvons une bonne liaison mais nous observons une réaction entre TiNi et l'alumine des plaques support. Finalement nous arrêtons le travail sur la fabrication de la liaison entre fils à cause de cette limitation de pression qui nous empêche de baisser la température.

## 2.5. Conclusions

Nous savons créer par frittage sous charge des liaisons entre des demi-tubes et des fils en TiNi. Les liaisons créées semblent fortes pour la température de 1200°C et des durées de frittage de 1 heure pour les fils et 2 heures pour les tubes, respectivement. La zone de liaison comprend différentes phases arrangées de façon complexe.

Pour les tubes, la zone de liaison comprend, en plus de TiNi, une phase supposée être  $Ti_2NiO$  et une autre phase indéterminée qui a une haute teneur en Ti. Les surfaces du tube loin de la zone de contact ont également subi une transformation conduisant à la formation de  $Ti_2NiO$ . La composition du tube s'homogénéise après un traitement thermique à 900°C mais il reste dans différentes zones une phase  $Ti_2NiO$ . S'agissant de la liaison des fils, nous avons également plusieurs phases parasites après frittage.

Les problèmes d'interaction entre TiNi et alumine se sont produits dans les deux cas (tubes et fils) : dans le premier cas, soudage entre les tubes et les noyaux d'alumine et dans le second, soudage entre les fils et les plaques support.

La pression pendant le frittage peut avoir un rôle important dans la croissance de la liaison et la réduction de la formation de phases néfastes parce qu'elle détermine le nombre des points de contacts locaux. Malheureusement nous ne pouvons pas dépasser une charge de 350 g avec notre dilatomètre. Finalement nous arrêtons le travail sur la fabrication de la liaison par frittage à cause de cette limitation de pression qui nous empêche de baisser la température.

# Chapitre 3: Procédé de fabrication la liaison entre tubes par soudage

## Sommaire

---

<b>3.1. Introduction sur la liaison par soudage .....</b>	<b>57</b>
3.1.1. Généralités sur le soudage .....	57
3.1.2. Facteurs qui influent sur le noyau de soudure .....	59
3.1.2.1. L'influence de l'énergie de soudage.....	59
3.1.2.2. L'influence de la pression de soudage.....	60
3.1.2.3. L'influence du nombre de séquences de soudage.....	61
3.1.2.4. L'influence d'autres facteurs .....	62
3.1.3. Le soudage de l'alliage Nickel-Titane .....	63
3.1.3.1. Le soudage de fils .....	63
3.1.3.2. Le soudage de tubes.....	64
3.1.4. Bilan.....	66
<b>3.2. Présentation des expériences de soudage.....</b>	<b>67</b>
3.2.1. Machine de soudage.....	67
3.2.2. Matériaux et préparation des échantillons .....	68
3.2.3. Premiers essais de soudage .....	69
3.2.4. Résolution des problèmes rencontrés.....	71
<b>3.3. Caractérisation mécanique .....</b>	<b>73</b>
3.3.1. Essais de traction.....	73
3.3.2. Mesures de dureté .....	74
<b>3.4. Conclusions.....</b>	<b>75</b>

---

## 3.1. Introduction sur la liaison par soudage

### 3.1.1. Généralités sur le soudage

Le soudage est défini par l'American Welding Society (AWS) comme "un processus d'adhésion qui produit la coalescence de matériaux en les chauffant à une température adéquate, avec ou sans l'application d'une pression ou par l'application de pression seulement, et avec ou



sans utilisation d'un matériau d'apport". Le soudage a été utilisé avant l'ère chrétienne par les égyptiens et amélioré à travers les âges. Le soudage de forge ou soudage marteau a été introduit à l'ère de la révolution industrielle entre 1750 à 1850. La technique de soudage par résistance, développée autour de 1886, a fourni un moyen plus fiable et plus rapide d'adhésion de métaux que les méthodes précédentes (Jeffus et al. 2012). Ensuite, de nombreuses autres méthodes ont été développées, comme par exemple le soudage résistif par points (figure 3.1) et le soudage laser (Sevilla et al. 2008), et le soudage est devenu une méthode fiable, efficace et économique pour souder des pièces métalliques.

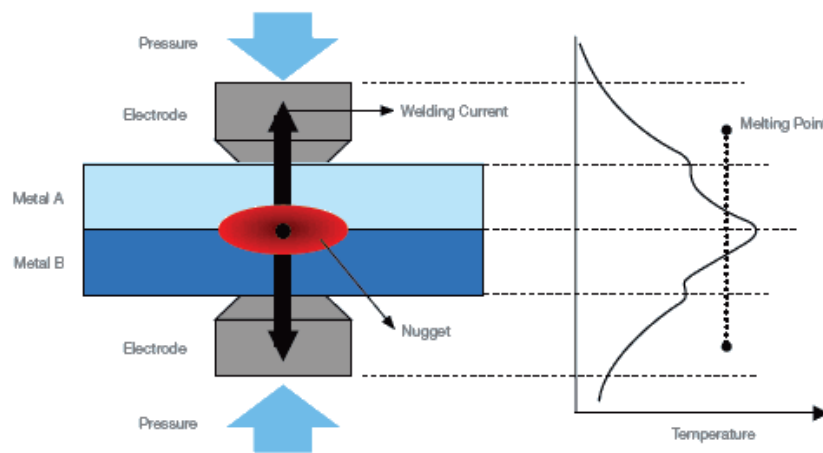


Figure 3.1: Schéma du soudage résistif par point.

Le soudage résistif par points est illustré sur la figure 3.1. Les deux plaques à souder sont serrées l'une contre l'autre grâce à deux électrodes et chauffées par effet Joule. Le soudage s'effectue localement au droit des électrodes quand la température est suffisamment élevée pour causer un ramollissement ou la fusion locale des matériaux. La génération de chaleur peut être décrite à l'aide de l'équation suivante:

$$Q = I^2 R t \quad (3.1)$$

où  $I$  est le courant électrique et  $t$  est la durée du soudage.  $R$  représente la résistance électrique totale, qui se compose de la résistance des plaques et des résistances des différentes interfaces. Normalement, deux électrodes en cuivre sont utilisées. Elles peuvent être disposées sur les côtés opposés (figure 3.1) ou sur le même côté (figure 3.2.a). On peut aussi utiliser comme électrodes les points de contact entre les deux pièces à souder (figure 3.2.b). Le soudage résistif par points est habituellement appliqué sur des tôles d'une épaisseur de 0,1 mm à 3 mm en métal tel que le l'acier revêtu de zinc (Raoelison et al. 2012), l'acier martensitique (Uwaba et al. 2012), l'alliage Al/Mg (Hayat et al. 2011), les alliages de titane (Zhao et al. 2013), ou même les composites à fibre de carbone /poly-ether-ether-ketone (CF-PEEK) en utilisant un élément de chauffage à

treillis en acier inoxydable (Dubé et al. 2007).

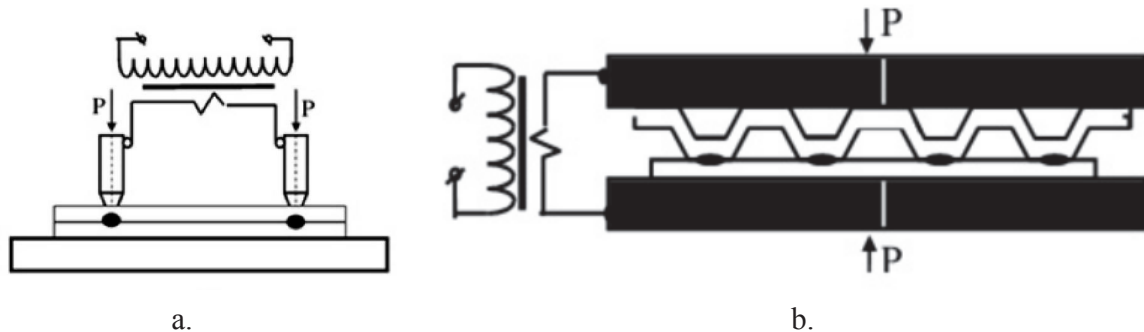


Figure 3.2: Exemples de disposition des électrodes en soudage par points; a. deux électrodes du même côté ; b. utilisation des matériaux comme électrodes

### 3.1.2. Facteurs qui influent sur le noyau de soudure

Un cycle typique de soudage comprend trois étapes (figure 3.3). D'abord, les électrodes sont mises en contact avec les plaques et une pression est appliquée. Ensuite le courant est activé pendant un certain temps. Après coupure du courant, la pression est maintenue jusqu'au refroidissement du métal (Kahraman et al. 2007). Nous pouvons prédire que les propriétés de la soudure dépendent de nombreux paramètres : l'énergie de soudage, la pression de soudage, le temps de soudage, l'état de surface des métaux...

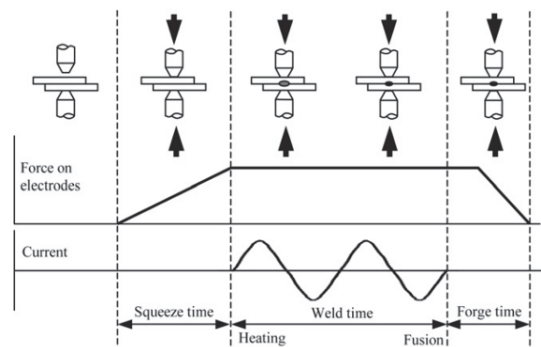


Figure 3.3: Un cycle typique de soudage par points (Kahraman 2007).

#### 3.1.2.1. L'influence de l'énergie de soudage

Le courant joue un rôle important dans la formation de la soudure parce qu'il a une relation directe avec l'énergie de soudage. Pour l'acier laminé à froid (figure 3.4.a-c), sont proportionnels au courant de soudage, le diamètre de la soudure et la résistance à un essai de traction-cisaillement (Kong et al. 2014). Cependant, pour un acier galvanisé, le diamètre de la soudure

n'augmente plus à partir d'une certaine valeur de courant (figure 3.4.e, Vural et al 2006).

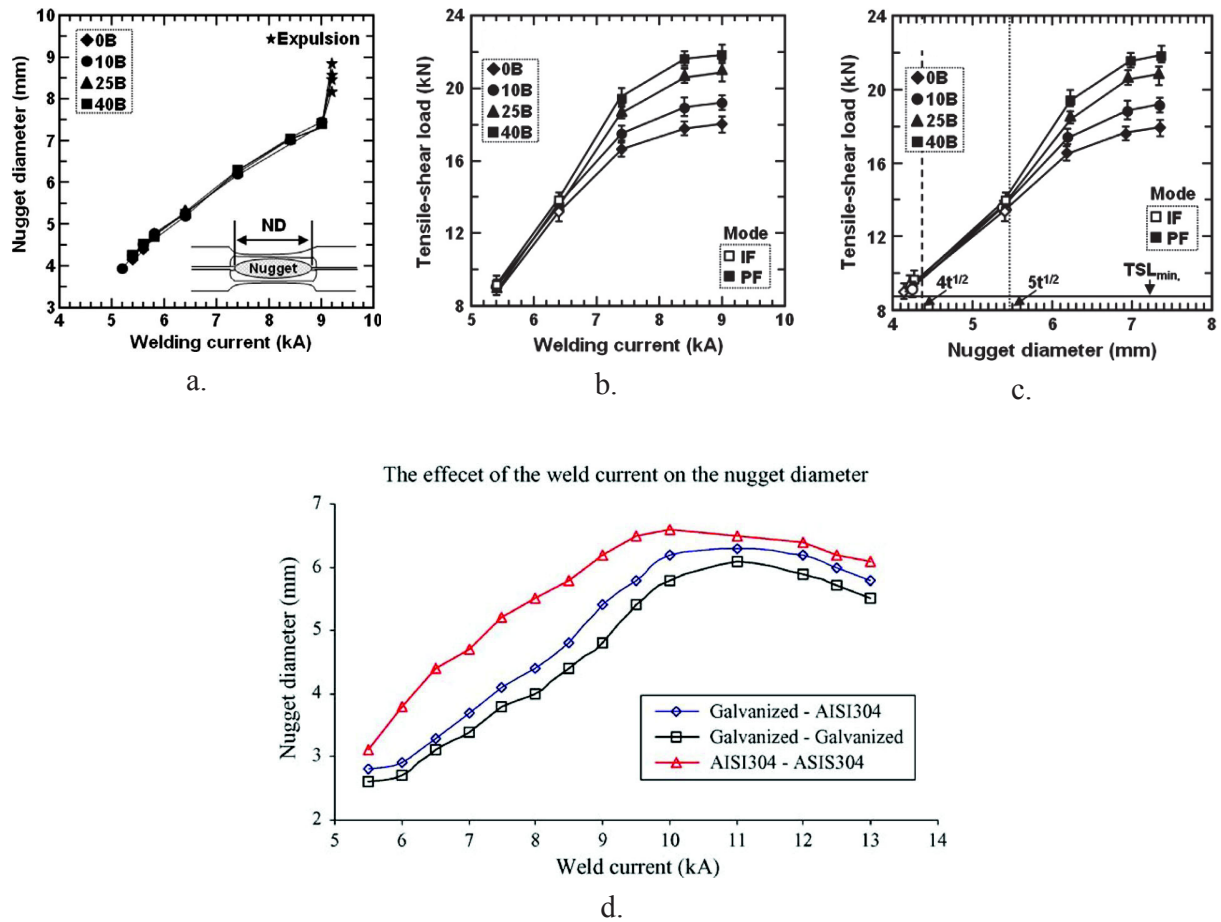
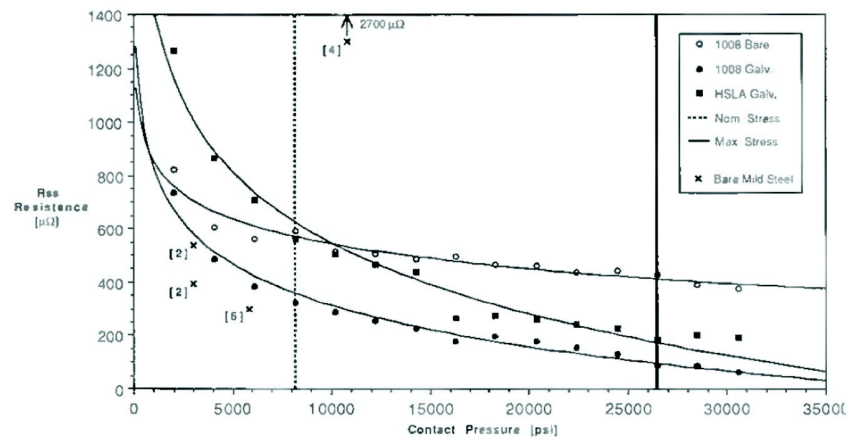


Figure 3.4: L'influence du courant sur le diamètre de la soudure et la résistance de traction-cisaillement pour un acier (a. b. c. Kong et al. 2014), sur le diamètre de la soudure pour un acier galvanisé (d. Vural et el 2006).

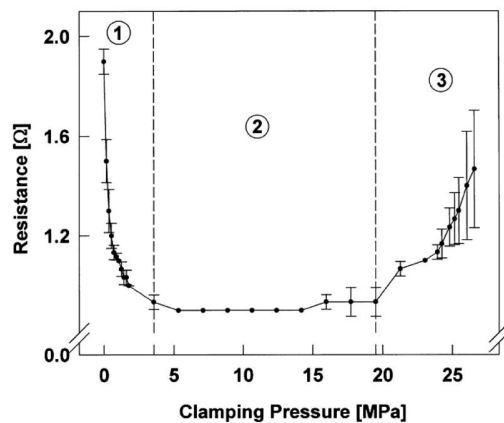
### 3.1.2.2. L'influence de la pression de soudage

La pression de soudage influence la rugosité des surfaces de contact qui joue fortement sur la résistance électrique locale et donc sur la formation de la soudure (Chen et al. 2005). La résistance électrique diminue quand la pression de la soudage augmente (Kaiser et al. 1982) (Vogler et al. 1993). Toutefois, à partir d'une certaine valeur de pression, la résistance électrique du fil peut augmenter car son endommagement réduit la section transversale réelle de l'élément de chauffage (Ageorges et al. 2000). Kahraman a trouvé en soudant du titane que la pression de soudage augmentait la résistance de traction-cisaillement (Kahraman et al. 2007). En outre, une pression de soudure faible peut entraîner l'expulsion de métal, un endommagement des électrodes et des fissures internes dans le coeur de la soudure. Cependant une pression de

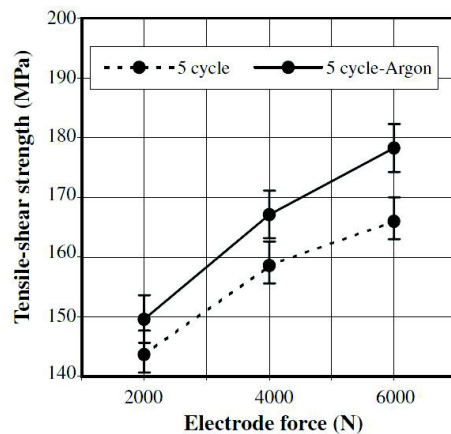
soudure trop élevée peut entraîner également un endommagement des électrodes, une indentation excessive et une résistance faible de la soudure (Resistance welding, 1998).



a.



b.



c.

Figure 3.5: L'influence de la pression de soudage sur la résistance électrique (a.Vogler et al. 1993) (b. Ageorges et al. 2000) et la résistance de traction-cisaillement pour du titane (c. Kahraman et al. 2007)..

### 3.1.2.3. L'influence du nombre de séquences de soudage

Le nombre de séquences de soudage a un effet sur la durabilité de la soudure. Il est nécessaire d'avoir un temps d'attente entre deux séquences pour que la zone soudée puisse se solidifier avant la séquence suivante. Ce temps ne doit pas être trop long pour éviter une évacuation trop importante de la chaleur. Normalement, le diamètre de la soudure est proportionnel au nombre de séquences de soudage (Aslanlar et al. 2008) mais le courant de soudage doit être adapté. Ce

commentaire s'appuie sur des travaux sur des verres métalliques à base de titane (Makhanlall et al. 2012), qui montrent que la résistance en traction-cisaillement diminue quand le temps de soudage augmente sous un courant supérieur à 6 kA.

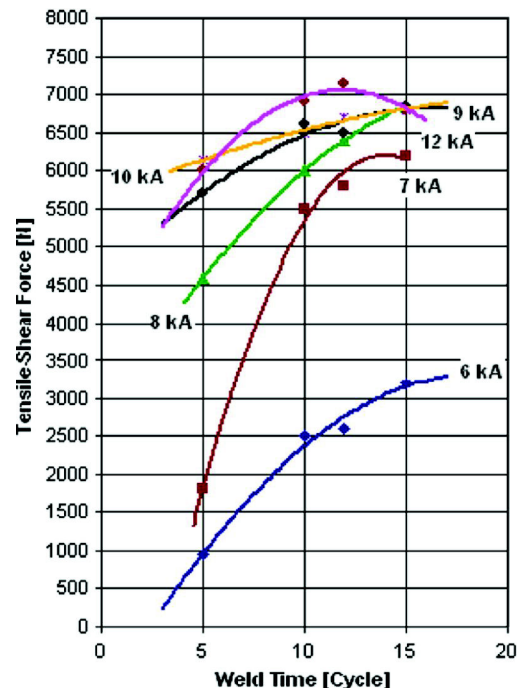


Figure 3.7: Influence du nombre de séquences de soudage sur la résistance en traction-cisaillement (Aslanlar et al. 2008).

#### 3.1.2.4. L'influence d'autres facteurs

Il y a des autres facteurs qui influencent la résistance de la soudure: la résistance électrique, le déplacement des électrodes, l'état de surface des métaux, l'atmosphère... Les principaux facteurs qui influent sur la résistance électrique sont la force appliquée à l'électrode, l'état de surface à l'interface entre les plaques, le temps de soudage, l'épaisseur des plaques et le matériau (Chen et al. 2005). Une petite surface de contact d'électrode conduit à une petite soudure et à une indentation excessive. Une grande surface de contact d'électrode conduit à des fissures internes dans le noyau de soudure. Des électrodes mal alignées entraînent l'expulsion de métal et le déplacement du cœur de la soudure (Resistance welding. 1998). L'état de surface des métaux est aussi important ; si la surface est sale, il peut y avoir une combustion et la vie de électrode sera courte. Par ailleurs, l'état de surface des métaux influence la résistance électrique (Kaiser et al. 1982). L'atmosphère peut augmenter la résistance de la soudure dans certain cas comme l'argon dans la soudage du titane (Kahraman et al. 2007).

### **3.1.3. Le soudage de l'alliage Nickel-Titane**

#### **3.1.3.1. Le soudage de fils**

Une première recherche sur le soudage d'alliage Nickel-Titane a été réalisée en 1982 (Nishikawa et al. 1982). Dans ce travail, des fils de 0,7 mm de diamètre en Ti-50%at.Ni traités à 400°C pendant 30 minutes sous vide ont été soudés par résistance et par laser. Ils présentaient 880 MPa de résistance à la traction et l'effet mémoire de forme était resté après soudage et traitement de vieillissement (Tam 2010). L'élimination des oxydes de surface par de l'acide peut conduire à la diminution de la résistance électrique (figure 3.8.a) et empêche les contaminants de s'introduire dans la microstructure de la soudure pendant le soudage. La microstructure de la soudure comprend deux zones: la zone fondue et la zone affectée (figure 3.8.b). Les propriétés mécaniques de la soudure sont caractérisées par un essai de dureté (figure 3.8.c) et par un essai de traction (figure 3.8.d). Les valeurs de dureté au centre de la soudure sont plus faibles que dans les autres zones. Le courant de soudage a un effet sur la dureté, un fort courant occasionnant des valeurs de dureté plus faibles. Le courant de soudage influe également sur la résistance en traction de la soudure, un courant trop faible et au contraire trop élevé provoquant la diminution de la résistance en traction (figure 3.8.d). Cette résistance de traction est plus élevée après un soudage laser qu'après un soudage par résistance (Tam 2010). Un traitement thermique après le soudage laser peut améliorer les propriétés mécaniques de la soudure (Chan and Man 2013).

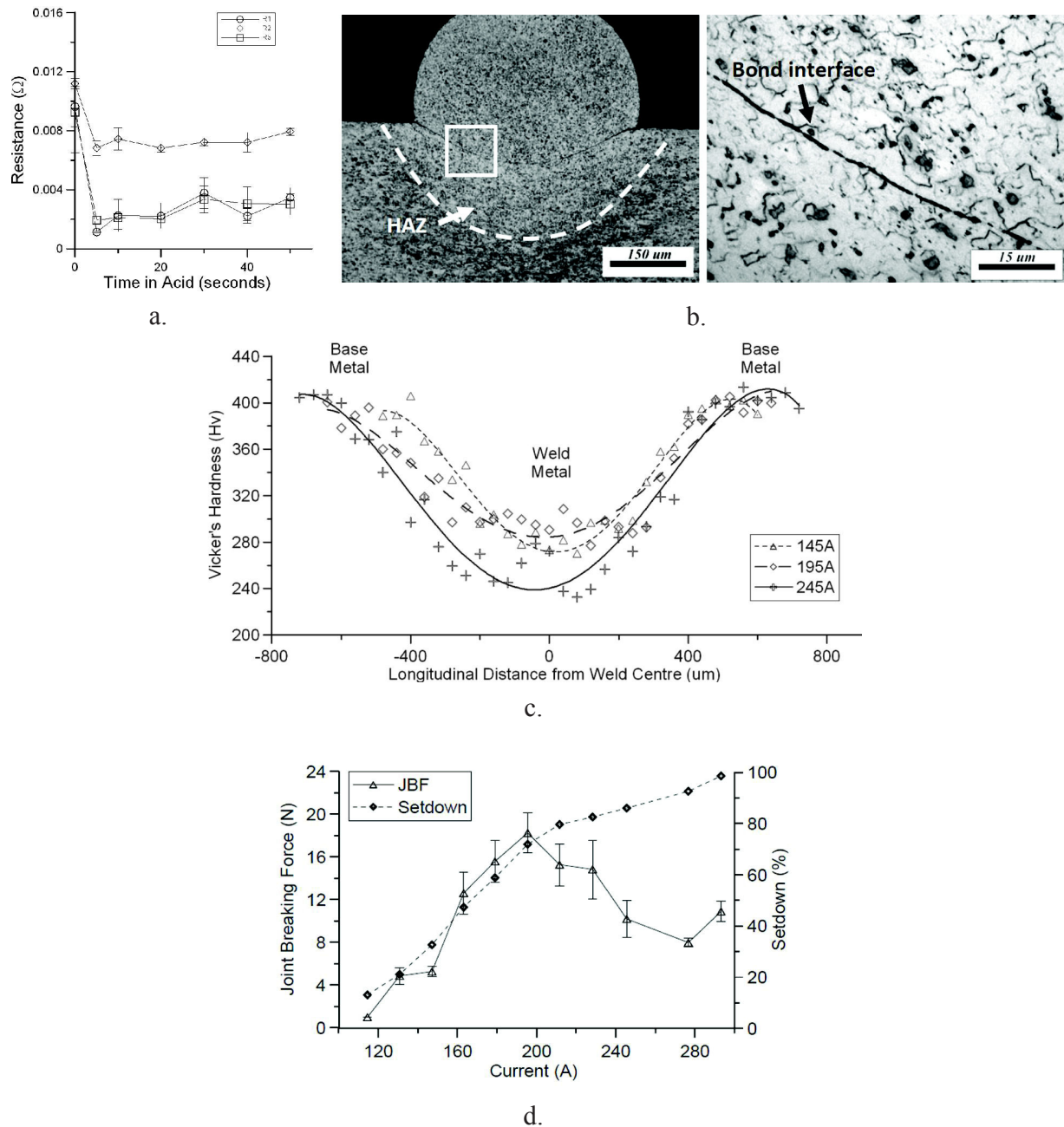


Figure 3.8: Résultats du soudage de deux fils d'alliage de Nickel-Titane perpendiculaire (Tam et al. 2010) ; a. Effet du traitement acide sur les résistances; b. Microstructure de la soudure; c. Dureté de la soudure; d. Résistance à la traction de la soudure (JBF) et enfoncement du fil (setdown).

### 3.1.3.2. Le soudage de tubes

Les matériaux cellulaires sont très prometteurs comme matériaux légers avec des propriétés



mécaniques spécifiques très élevées. Une méthode attractive pour fabriquer de tels matériaux est le soudage de tubes empilés. Ainsi Marcadon et al. (Marcadon et al. 2012) ont brasé des tubes d'alliages nickel-chrome Inconel 600 empilés suivant diverses configurations en utilisant un composé de nickel-phosphore comme matériau de brasage (figure 3.9.c). Les structures obtenues ont été traitées à 1050°C. Il résulte que les modules d'Young des liaisons brasées sont légèrement plus élevés que ceux des tubes originaux.

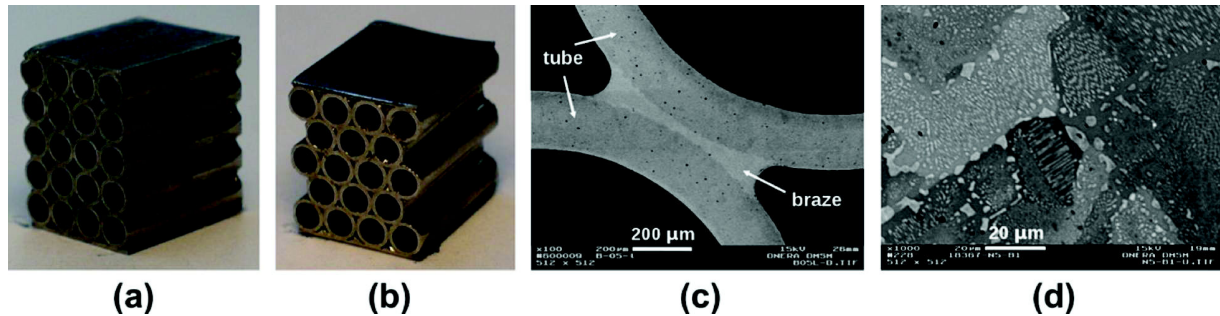
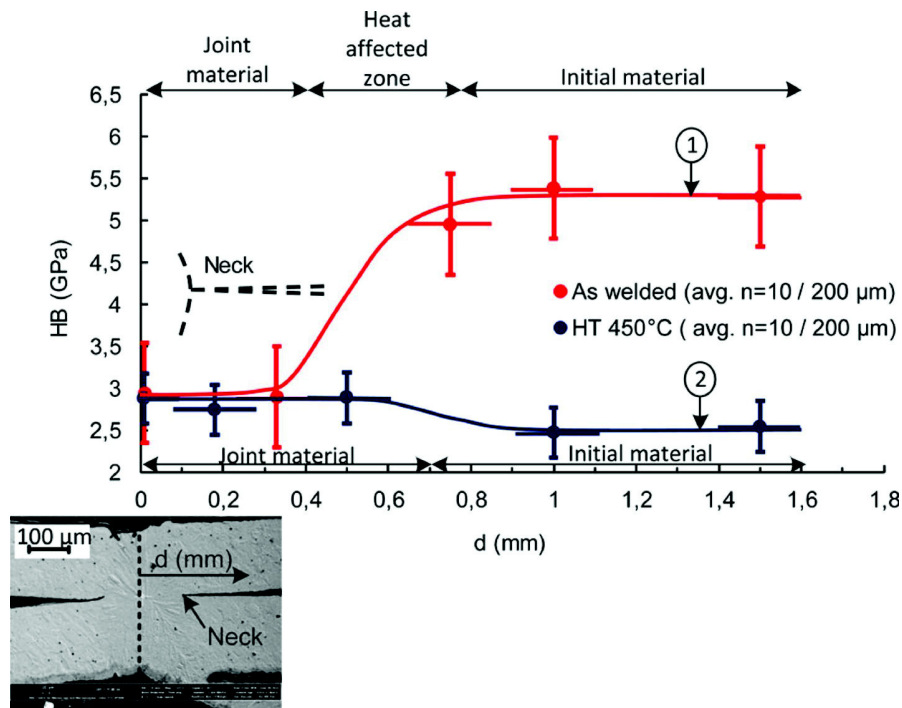
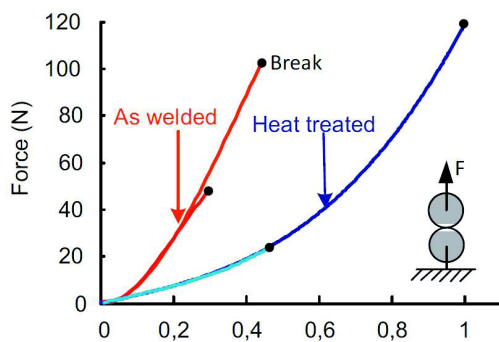


Figure 3.9: Matériaux cellulaires élaborés par brasage de tubes d'Inconel 600; a. cellule à nœud carré; b. cellules à nœud hexagonal; c. détail de la liaison entre tubes; d. la microstructure de la liaison (Marcadon et al. 2012).

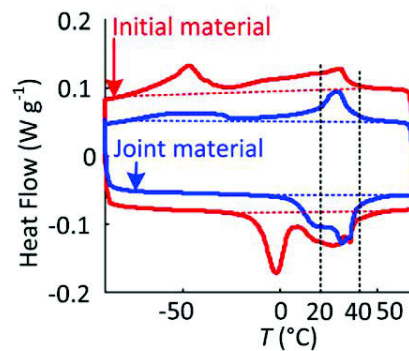
Delobelle et al. ont fabriqué des matériaux cellulaires en soudant des tubes d'alliage Ti-50,8 at% Ni sans matériau d'apport (Delobelle et al. 2013). Les tubes de longueur 5mm, de diamètre 7 mm et d'épaisseur 0,2mm ont été soudés 5 fois sous une pression 18N et avec une énergie de soudage de 50J. Les échantillons obtenus ont été traités d'abord à 850°C pendant 1h sous atmosphère d'argon et ensuite à 450°C pendant 30 minutes. La microstructure obtenue montre que les grains dans la zone fondue sont allongés, avec une longueur d'environ 100 µm et une largeur d'environ 20 µm (Delobelle et al. 2013) et les grains dans la zone affectée sont d'environ 8 µm. La dureté est plus faible au centre de la zone fondue, elle augmente dans la zone thermiquement affectée et est maximale dans la zone non affectée (figure 3.10.a). La liaison soudée casse pour une force de traction de 100N (figure 3.10.b). Cette force augmente à 120N après traitement thermique. Le traitement thermique entraîne aussi un changement de la chaleur latente de transformation (figure 3.10.c).



a.



b.



c.

Figure 3.10: Propriétés de la liaison entre tubes Ti-Ni après le soudage; a. Dureté de la liaison; b. Résistance en traction; c. Transformation de la liaison après traitement thermique. (Delobelle et al. 2013).

### 3.1.4. Bilan

Le soudage est un procédé d'adhésion de matériaux métalliques fiable, efficace et économique. Il y a beaucoup de facteurs influant la résistance de la soudure, l'énergie de soudage, la pression de soudage, le temps de soudage, la résistance électrique, le déplacement des électrodes, l'état de surface de métaux, l'atmosphère, etc. Un bon contrôle ces paramètres conduit à des soudures de qualité. En outre, le soudage a été appliqué à la création de liaisons

entre des fils ou entre des tubes en alliage Nickel-Titane.

## 3.2. Présentation des expériences de soudage

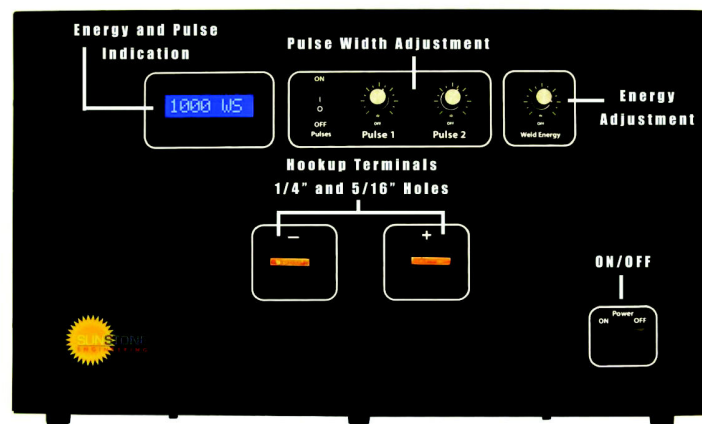
### 3.2.1. Machine de soudage

La machine sélectionnée pour les expériences de soudage (Figure 3.11) a été fabriquée par la société américaine Sunstone Engineering. Elle comprend deux parties principales: le soudeur CD160DPM2 (figure 3.11.a) et le contrôleur de soudure WH1 (figure 3.11.b). Ses caractéristiques sont données dans le tableau 3.1. Cette machine de soudage à double impulsion a plusieurs avantages:

- Libération d'énergie rapide pour le soudage des métaux hautement conducteurs tels que le cuivre,
- Petite zone affectée par la soudure,
- Libération d'énergie répétitive, indépendante des fluctuations de la ligne de tension,
- Réglage précis de l'énergie libérée.



a.



b.

Figure 3.11: La machine de soudage

Tableau 3.1: Les caractéristiques de la machine de soudage

Pression de soudage	Energie de soudage	Durée d'impulsion		Temps à la tension max	Hauteur d'impulsion min	Hauteur d'impulsion max
0-36 N	5-160 J	Min	0,12 ms	0,2 ms	2,2 V	20 V
		Max	6 ms			

Le soudage se fait en une ou deux impulsions, chacune correspondant à une décharge d'énergie exprimée en Joule. Chaque impulsion peut être réglée séparément. Une énergie totale  $E_{tot}$  donnée est stockée dans le soudeur. L'énergie de la première impulsion  $E_{puls1}$  est ajustable entre 1% et 30% de l'énergie totale stockée. L'énergie de la seconde impulsion  $E_{puls2}$  est extraite de l'énergie restante après la première impulsion ( $E_{tot}-E_{puls1}$ ).  $E_{puls2}$  est ajustable entre 1% et 99% de l'énergie totale  $E_{tot}$ . La figure 3.12 illustre comment est libérée l'énergie de soudage lorsqu'on utilise le mode en deux impulsions. Il apparaît que la cinématique de décharge lors des impulsions 1 et 2 dépend des énergies déchargées  $E_{puls1}$  et  $E_{puls2}$ , mais aussi de l'énergie totale stockée  $E_{tot}$  dans le soudeur. Les temps de décharge de chacune des impulsions diminuent lorsque  $E_{tot}$  est augmentée.

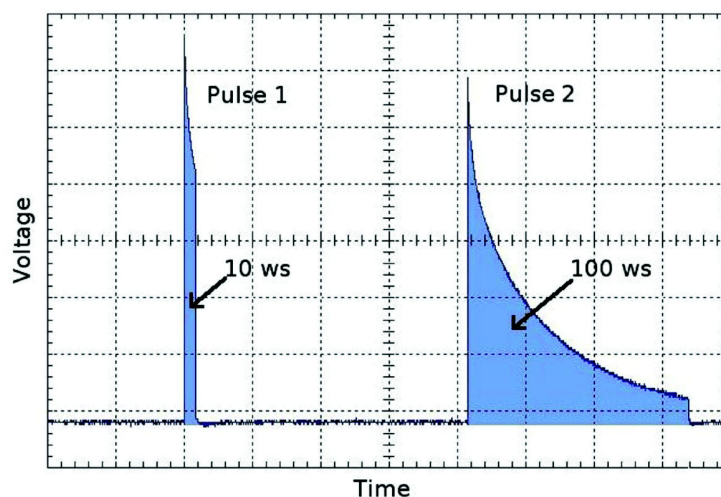


Figure 3.12: Décharge de condensateur utilisant la double impulsion

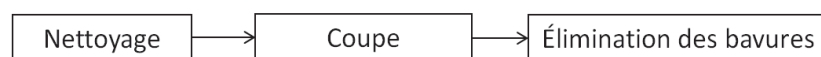
### 3.2.2. Matériaux et préparation des échantillons

Trois tubes de diamètre différents, tous en alliage Ti-50,8% at. Ni (matériau décrit au §.2.2.1.1), ont été utilisés. Le tube de type 1 a 6,1 mm de diamètre extérieur et 0,12 mm

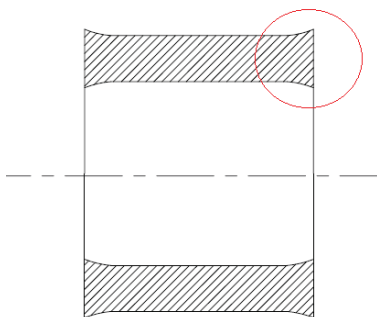
d'épaisseur. Les tubes de type 2 et 3 ont la même épaisseur de 0,3 mm et des diamètres extérieurs de 6 mm et 5,5 mm, respectivement (tableau 3.2). La préparation des échantillons est schématisée sur la figure 3.13.a. Dans l'étape de nettoyage, le tube est plongé dans une solution  $\text{HF} + 4\text{HNO}_3 + 5\text{H}_2\text{O}$  pour éliminer la couche d'oxyde sur sa surface. Ensuite, il est découpé en tronçons de 5mm de longueur (figure 3.13.b). Enfin, chaque tronçon est poli avec du papier de verre pour éliminer les bavures de découpe (figure 3.13.c).

Tableau 3.2: Dimensions des tubes d'alliage Ti-50,8% at. Ni.

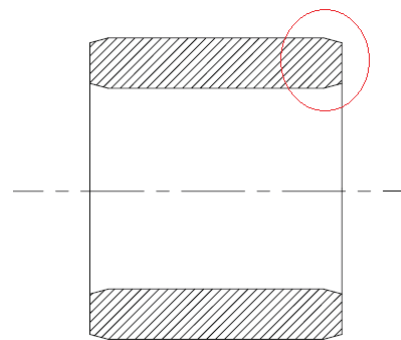
Type \ Dimension	Diamètre (mm)	Épaisseur (mm)
Tube 1	6,1	0,12
Tube 2	6	0,3
Tube 3	5,5	0,3



a.



b.



c.

Figure 3.13: Préparation des échantillons

### 3.2.3. Premiers essais de soudage

La figure 3.14 montre le premier dispositif conçu pour réaliser un essai de soudage entre tubes. Le centre de rotation permet de contrôler l'alignement des deux électrodes lames (figure 3.14.a). Une extrémité de l'électrode lame est fixée à un centre de rotation, l'autre peut se déplacer librement suivant la direction verticale. Un cadre d'aluminium est utilisé pour maintenir

les deux tubes pendant le soudage (figure 3.14.b). Au cours de l'expérience un flux d'argon est introduit dans les tubes pour les protéger de l'oxygène.

Les premiers essais de soudage ont été faits avec les paramètres suivants:

Pression de soudage: 30N

Energie totale,  $E_{tot}$ : 110 J

Energie du Pulse 1,  $E_{puls1}$  : 30, 15, 10 ou 5 J

Energie du Pulse 2,  $E_{puls2}$  : 80, 95, 100 ou 105 J

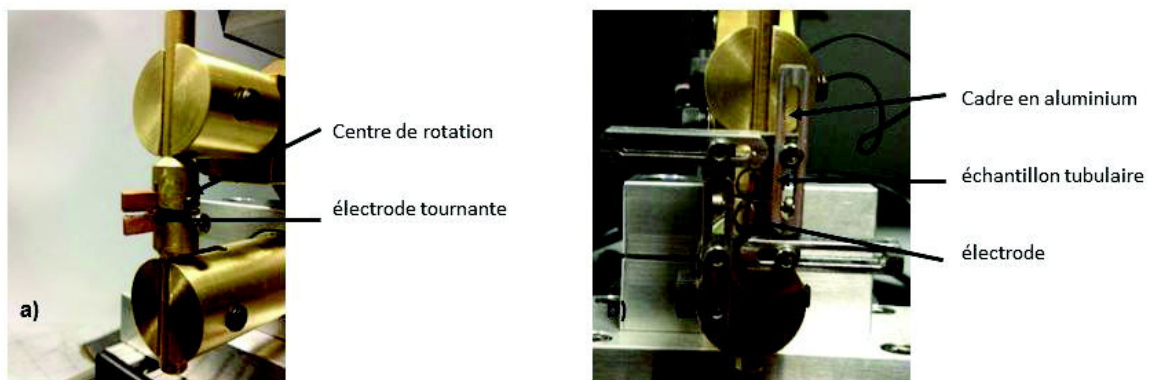


Figure 3.14: Mise en place des premières expériences de soudage

La figure 3.15.a montre un assemblage de 4 tubes soudés entre eux. Dans tous les cas (a, b, c), les cordons de soudure ne sont pas réguliers. Une section transversale d'un cordon a été observée par MEB (figure 3.15.b-d). Nous voyons que la soudure est limitée et que les tubes sont endommagés dans le voisinage de cette soudure.



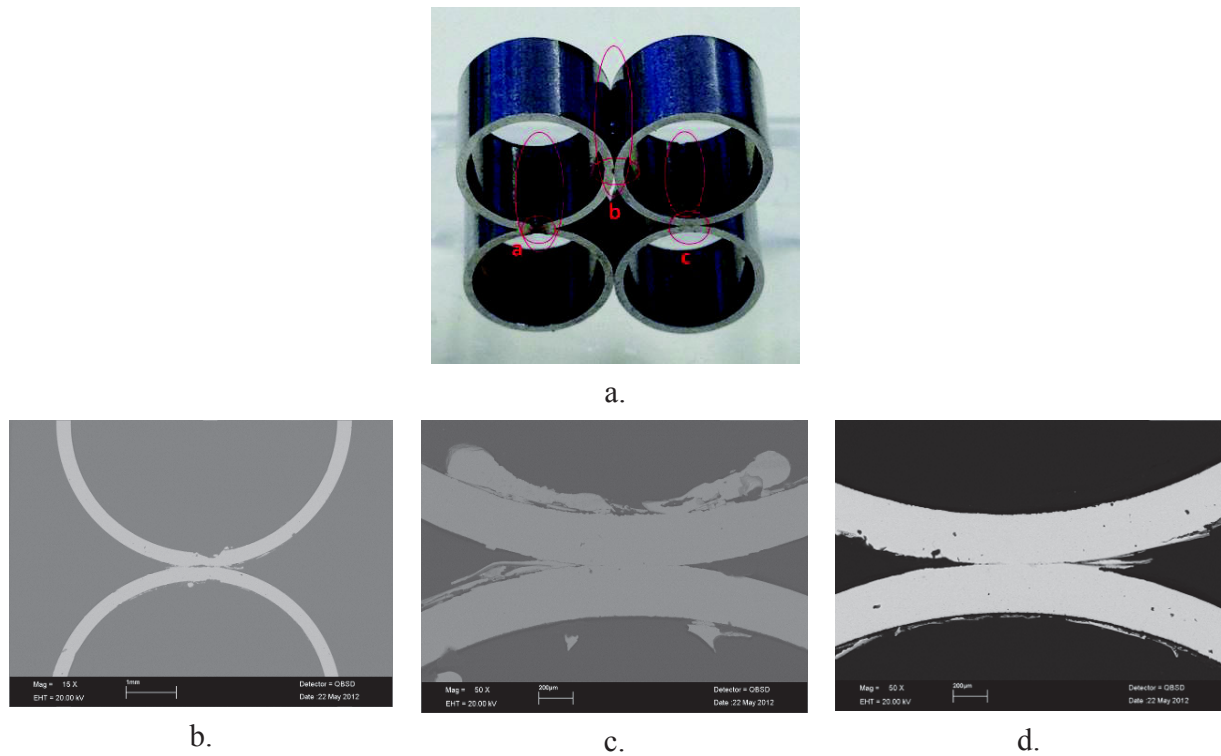


Figure 3.15: Observation de la liaison soudée; a. structure en carré; b. et c. et d. Observation de sections transversales de la liaison par MEB.

### 3.2.4. Résolution des problèmes rencontrés

Dans d'autres cas, les tubes ont été cassés pendant le soudage. Nous avons pensé que tous ces problèmes étaient dus d'une part à la forme pointue des électrodes, d'autre part au fait que ces électrodes pouvaient ne pas être parallèles. La forme pointue de l'électrode favorise la déformation ou la rupture du matériau à haute température (figure 3.16). Le non-parallélisme des électrodes conduit à des largeurs de cordons de soudure non constantes.

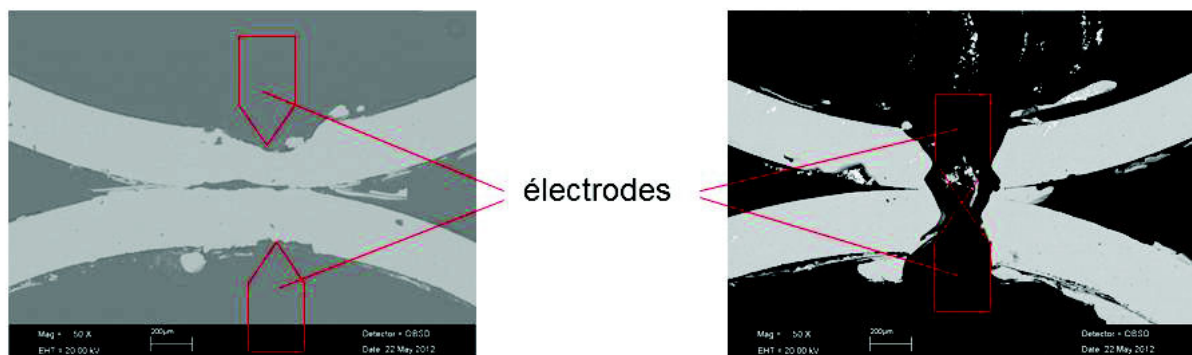
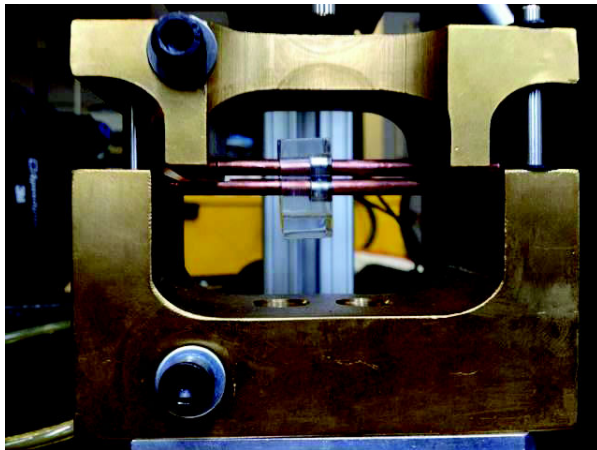
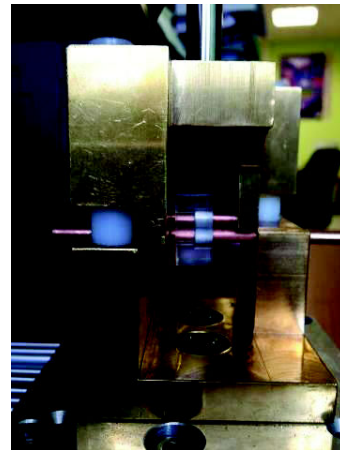


Figure 3.16: Observation de la liaison soudée par MEB.

Pour tenter d'améliorer le soudage, un nouveau dispositif de soudage a été conçu et réalisé, comme illustré sur la Figure 3.17a. Les électrodes supérieure et inférieure sont cylindriques ; elles sont insérées dans des alésages horizontaux usinés dans les bras verticaux de pièces porte-électrode supports en U. Les deux pièces porte-électrodes coulissent l'une par rapport à l'autre, le dispositif de coulisement assurant aussi l'isolation électrique entre ces pièces. Les électrodes peuvent coulisser dans les alésages pour que l'on puisse monter les tubes autour des électrodes. Pendant l'opération de soudage, les tubes à assembler sont positionnés dans un cadre en plexiglass. Un premier dispositif utilisant ce principe a été réalisé avec les caractéristiques géométriques et technologiques représentées sur la photographie 3.17.a. Les résultats de soudage ont été meilleurs. Mais, avec une pression de soudage supérieure à 200 N, les électrodes fléchissaient, comme illustré sur la figure 3.18, du fait du manque d'inertie en flexion de ces électrodes et de la distance trop grande entre les bras des portes-électrodes. Donc le dispositif de support a été modifié, comme l'illustre la figure 3.17.b, avec des électrodes plus courtes et une solution technologique différente pour assurer le coulisement du porte-électrode supérieur par rapport au porte-électrode inférieur, ainsi que l'isolation électrique.



a.



b.

Figure 3.17: Modifications des dispositifs de support de l'expérience de soudage; a. 2<sup>ème</sup> modification; b. 3<sup>ème</sup> modification.

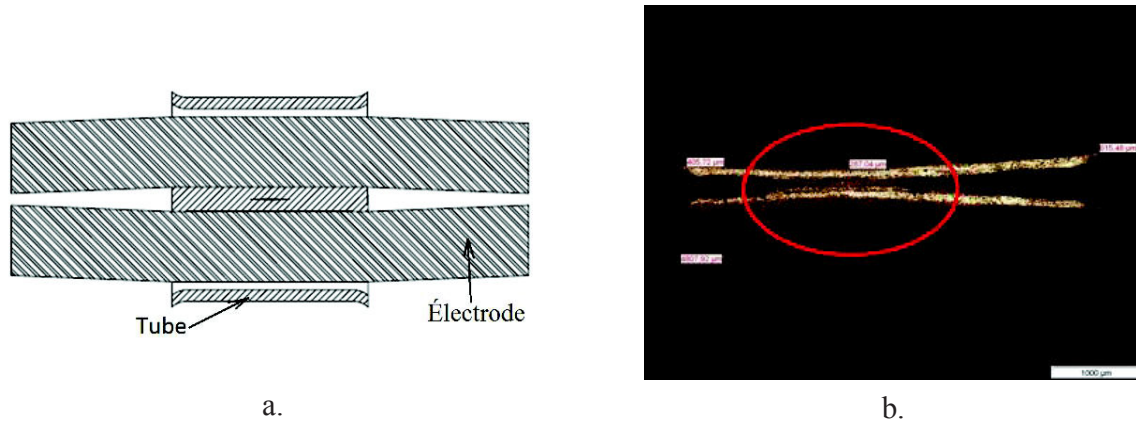


Figure 3.18: Relation entre la courbure d'électrode et la forme et résistance de la liaison soudée; a. Illustration de la courbure d'électrode ; b. La forme de la liaison soudée après la traction.

### 3.3. Caractérisation mécanique

#### 3.3.1. Essais de traction

La résistance de la soudure est mesurée par un essai de traction. Le montage permettant de tenir les tubes soudés (1) pendant cet essai est présenté sur la figure 3.19.a-c. Deux tiges cylindriques (2) rigides de diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur des tubes sont insérées dans les tubes pour éviter leur déformation. Chacune de ces tiges est reliée à chacun des mors de traction (3). D'autre part, chaque tube est entouré par une pièce (4) dont le diamètre intérieur est légèrement supérieur au diamètre extérieur des tubes. De cette façon la déformation des tubes pendant la traction est négligeable. Le dispositif est inséré dans une machine de traction GABO Eplexor (figure 3.19.d). Un miroir est utilisé pour mieux observer la déformation de la liaison soudée. Des photos de cette liaison sont prises régulièrement au cours de l'essai.

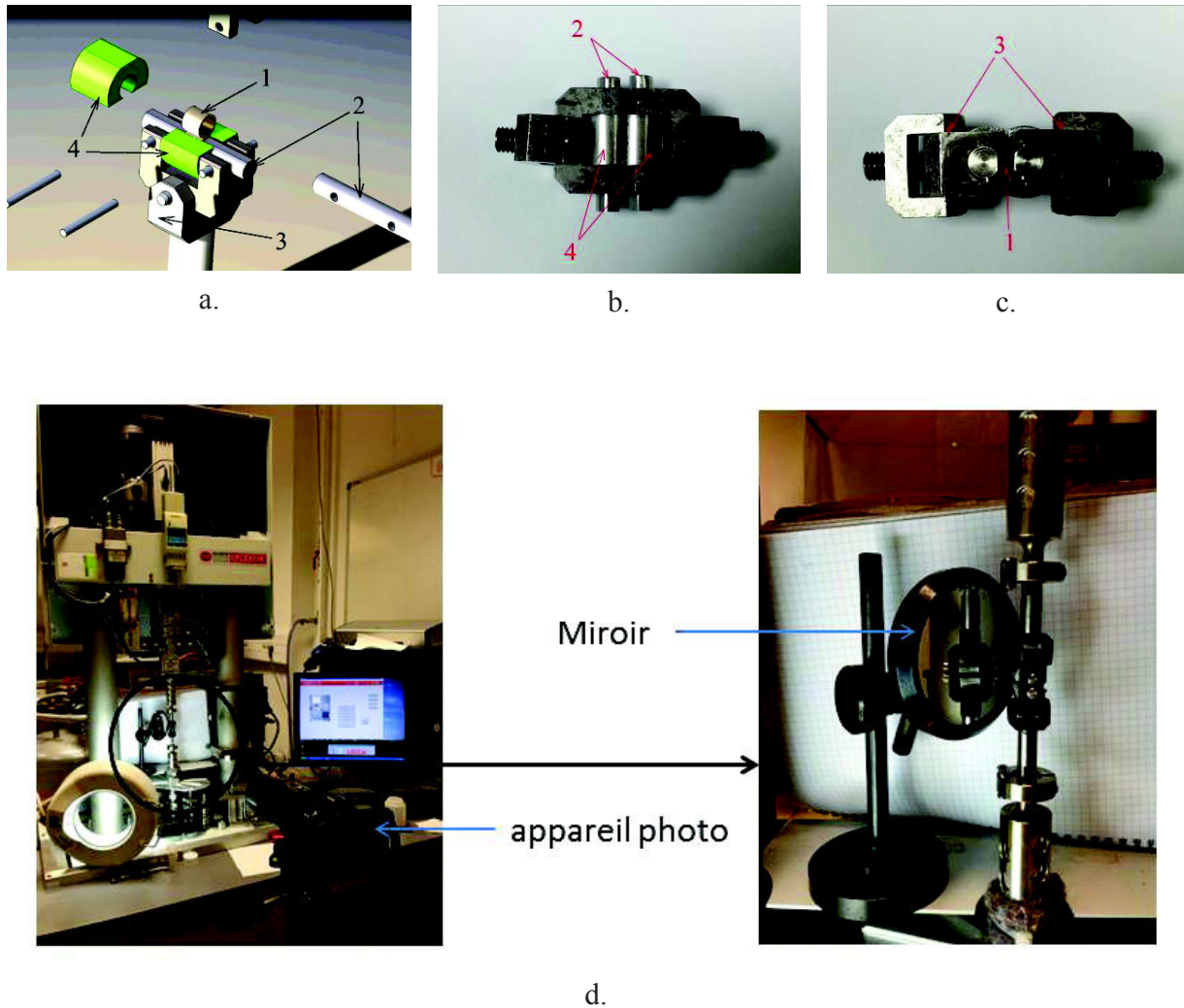


Figure 3.19: Essai de traction; a. L'assemblage des dispositifs de traction; b. et c. Les dispositifs de traction après l'assemblage; d. L'essai de traction.

### 3.3.2. Mesures de dureté

Des essais de microdureté sont effectués avec la machine Buehler Micromet 5104 sous une charge de 2N (figure 3.20). Les échantillons sont préparés en suivant la procédure présentée dans la section 4.2.2. La lumière doit rester faible pour que l'empreinte de dureté sur la surface puisse être précisément évaluée.

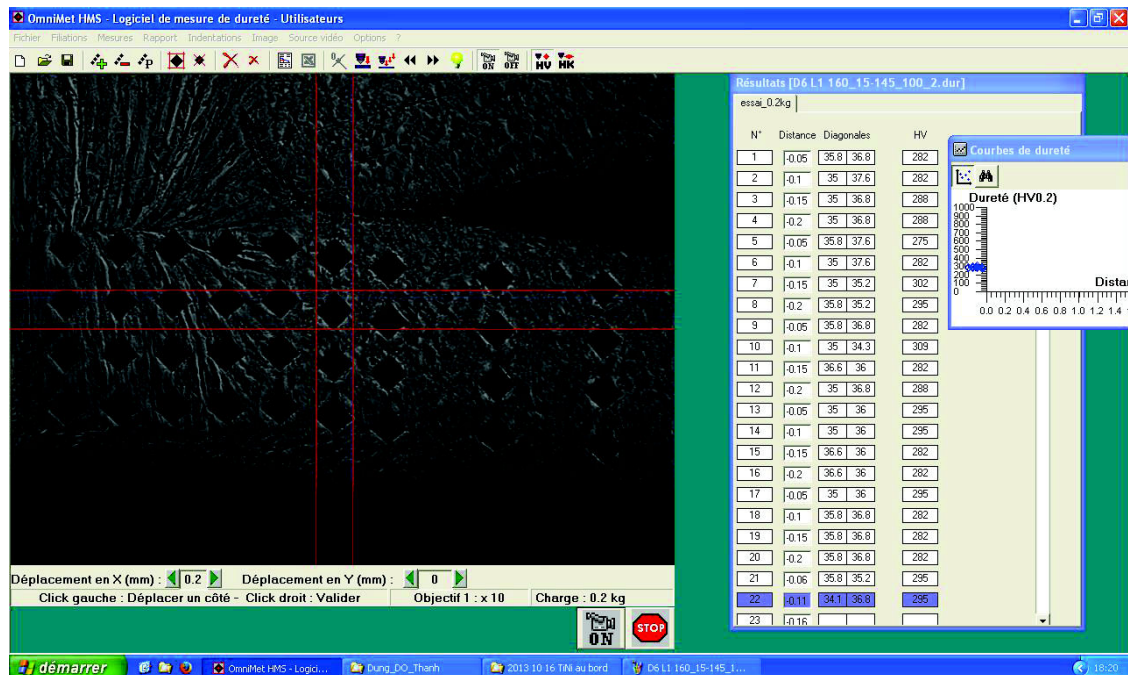


Figure 3.20: Essai de dureté.

### 3.4. Conclusions

Après une étude bibliographique sur les procédés de soudage qui a permis notamment de mettre en évidence le grand nombre de paramètres qui influent sur la résistance de la soudure, nous avons présenté notre machine de soudage et le dispositif spécifique destiné à souder des tubes de nickel-titane. Les difficultés rencontrées lors des premiers essais nous ont conduit à faire plusieurs modifications successives à ce dispositif. Nous avons également décrit les essais qui nous permettront de caractériser les propriétés mécaniques de la soudure.



# Chapitre 4: Influence des paramètres de soudage sur les propriétés mécaniques et métallurgiques de la liaison entre tubes

## Sommaire

---

<b>4.1. Influence des traitements de vieillissement.....</b>	<b>77</b>
4.1.1. Influence du traitement de vieillissement sur la résistance mécanique de la liaison ....	77
4.1.2. Influence du traitement de vieillissement sur la transformation de phase. ....	79
<b>4.2. Caractérisation de la liaison soudée entre tubes .....</b>	<b>83</b>
4.2.1. La liaison et sa dimension.....	83
4.2.2. Les propriétés métallurgiques de la liaison soudée.....	85
4.2.2.1. Microstructure de la liaison soudée .....	86
4.2.2.2. Composition de la liaison soudée .....	90
4.2.3. Les propriétés mécaniques de la liaison soudée .....	91
4.2.3.1. Résistance en traction de la liaison soudée .....	91
4.2.3.2. Mesure de dureté au voisinage de la liaison soudée .....	92
4.2.4. Conclusions.....	94
<b>4.3. Influence des paramètres « énergie » définissant le soudage sur les propriétés de la liaison soudée.....</b>	<b>95</b>
4.3.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	95
4.3.2. Effet de l'énergie de soudage sur la microstructure .....	97
4.3.3. Effet de l'énergie de soudage sur la dureté .....	98
4.3.4. Discussion .....	100
<b>4.4. Influence des paramètres de soudage sur les propriétés de la liaison soudée .....</b>	<b>102</b>
4.4.1. Influence de la force de contact .....	102
4.4.1.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	102
4.4.1.2. Influence sur la dureté.....	103
4.4.2. Influence du nombre de passes de soudage .....	105
4.4.2.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée .....	105
4.4.2.2. Effet sur les mesures de dureté .....	105
<b>4.5. Conclusions.....</b>	<b>106</b>

---



## **4.1. Influence des traitements de vieillissement**

### **4.1.1. Influence du traitement de vieillissement sur la résistance**

#### **mécanique de la liaison**

Les liaisons soudées sont réalisées sur des tubes brut d'étirage. Rappelons que l'étirage des tubes est réalisé par la société Minitubes SA. Après une première série d'étirage à chaud, à creux, à des températures d'étirage supérieures à 300°C, les dernières passes d'étirages sont réalisées sur mandrin à froid (Palengat et al. 2013, Linardon et al. 2014). Entre deux passes d'étirage sur mandrin, le mandrin intérieur est retiré du tube (opération de démandrinage) puis recuit à des températures dépendant du matériau, mais conduisant à une recristallisation (annealing treatment).

Les tubes fournis par la société Minitubes sont dans l'état après le dernier démandrinage ; le taux de réduction lors du dernier étirage à froid ne nous a pas été fourni.

Afin de conférer des propriétés optimales de mémoire de forme aux fils ou tubes de NiTi, ceux-ci sont soumis après l'étirage à des traitements thermomécaniques de vieillissement (aging treatment) à des températures entre 300°C et 500°C pour des temps de traitement entre quelques minutes et quelques heures (Pelton et al. 2000).

L'influence du traitement thermomécanique sur le tube que nous utilisons a été étudiée par Thierry Alonso (Alonso et al. 2014). Pour cela des éprouvettes de traction ont été usinées par électroérosion dans le tube fourni par Minitubes (Figure 4.1.a). Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante dans l'état de réception et après un traitement thermique à 350°C, pendant une heure. La figure 4.1.b présente les résultats d'essais de charge-décharge sur une éprouvette non traitée (Courbe noire) et traitée (Courbe rouge). Dans l'état de réception, les tubes ont un comportement mal défini, loin du comportement superélastique attendu. Le traitement thermique de type aging à 350°C, 1 heure, conduit à un comportement superélastique à l'ambiante. La Figure 4.1.c représente le résultat d'un essai de traction à rupture sur une éprouvette traitée. Le traitement de vieillissement effectué permet de conserver des seuils d'écoulement plastique supérieurs à 1000MPa.

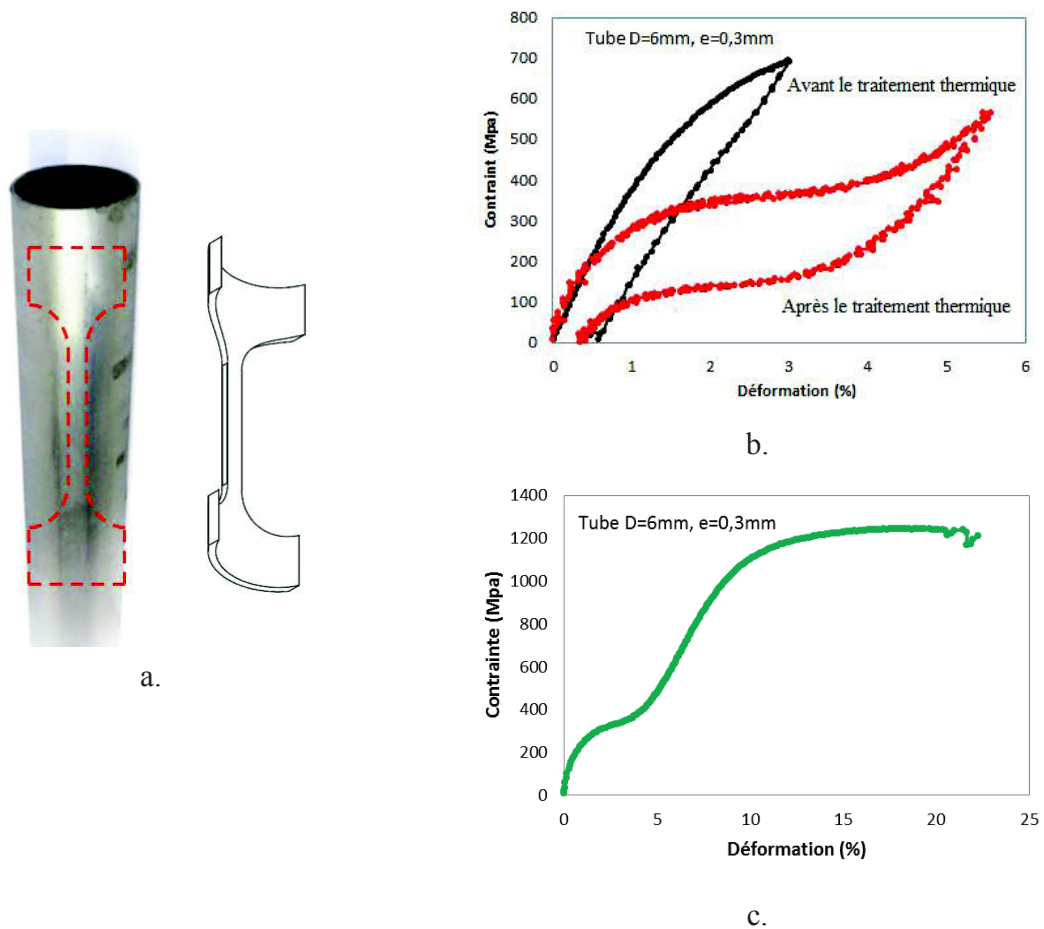


Fig 4.1: Influence du traitement de vieillissement (350°C, 1 heure) sur le comportement mécanique du tube de TiNi (Alonso et al. 2014); a. Eprouvette de traction usinée par électroérosion; b: essais de traction à 20°C de type charge-décharge avant (courbe noire) et après traitement (courbe rouge) ; (c) essai de traction à rupture sur éprouvette traitée.

L'influence du traitement de vieillissement sur la résistance de la liaison a été étudiée. Ces essais ont été réalisés sur des tubes de type 2 (diamètre 6mm et épaisseur 0,3mm). Les paramètres de soudage sont  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{Puls1}=15J$ ,  $E_{Puls2}=145J$  et  $F=29N$ . Deux passes de soudure ont été réalisées. La Figure 4.2 représente les résultats d'un essai de traction réalisé en utilisant le dispositif décrit à la section 3.3.1 du chapitre 3. L'axe des abscisses est le déplacement des mors, celui des ordonnées la force de traction par unité de longueur des tubes utilisés. Les 6 courbes en noir représentent 6 essais réalisés sur des assemblages de deux tubes soudés, sans aucun traitement. Deux assemblages de tubes ont été soumis après soudage à un traitement à 350°C pendant une heure; les courbes de traction correspondantes sont représentées en rouge.

Une première observation concerne les forces de rupture de la liaison, qui sont du même ordre

de grandeur avant et après traitement. Une seconde observation concerne la forme des courbes, l'assemblage soudé étant plus souple après traitement qu'avant traitement. Dans le dispositif de traction des assemblages que nous avons mis au point pour tester la résistance de ces assemblages, nous avons tout mis en œuvre pour limiter au maximum la déformation des tubes au voisinage de la liaison soudée. Malgré ces précautions, le déplacement des mors est en grande partie aux déformations locales au voisinage de la liaison. Comme le montre la Figure 4.1.b, le traitement thermique conduit à un comportement plus souple pour le matériau traité, et donc un déplacement plus important lors de l'essai de traction sur assemblage de tubes.

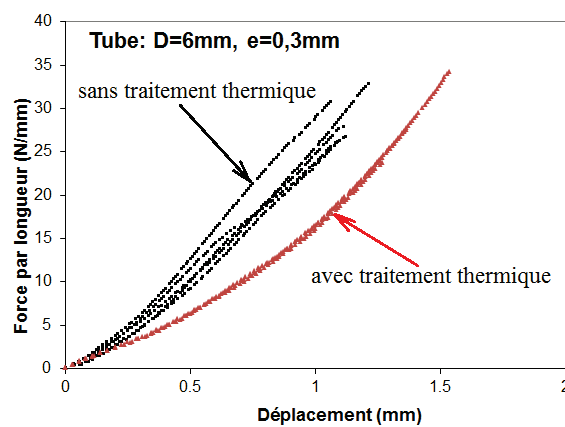


Figure 4.2: Influence du traitement de vieillissement (350°C, 1 heure) sur la résistance de la liaison.

#### 4.1.2. Influence du traitement de vieillissement sur la transformation de phase.

L'influence du traitement de vieillissement sur le comportement de transformation peut être observée en réalisant des essais de DSC. Pour cela des échantillons, typiquement de masse comprise entre 20 et 30mg, sont prélevés dans un assemblage soudé de deux tubes, soit dans la zone soudée, soit loin de la zone soudée. Les mesures sont faites sur une DSC TA Q200 avec des vitesses de consigne de refroidissement et de chauffage de 10K/min.

Les courbes de la figure 4.3 sont les résultats de DSC avant traitement thermique pour des échantillons pris loin de la zone soudée (courbe bleu) ou dans la zone soudée (courbe verte). La courbe DSC bleu est typique d'un alliage NiTi déformé à froid avec un fort taux d'écrouissage; les pics de transformation sont peu visibles, en particulier lors du refroidissement (Favier et al. 2006). Il faut noter aussi lors du refroidissement une difficulté expérimentale apparaît à -70°C, la DSC n'arrive pas à suivre la consigne de refroidissement de 10K/min. L'observation de la

courbe verte montre que l'opération de soudage conduit à des transformations plus marquées, malgré les mêmes difficultés expérimentales lors du refroidissement pour des températures inférieures à  $-70^{\circ}\text{C}$ . La comparaison des courbes bleu et verte montre que la zone soudée a un comportement plus caractéristique d'une transformation directe entre austénite et martensite, avec des températures pics de  $-44,7^{\circ}\text{C}$  au refroidissement et de  $-10,2^{\circ}\text{C}$  au chauffage, soit une hystérésis mesurée aux pics des transformations de l'ordre de  $34,5^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur d'hystérésis exclut que la transformation observée soit de type Austénite-Phase R, qui présente des hystérésis plus faibles, de l'ordre de  $10^{\circ}\text{C}$  (Favier et al. 2006). La transformation induite par le soudage est une transformation directe entre Austénite et Martensite.

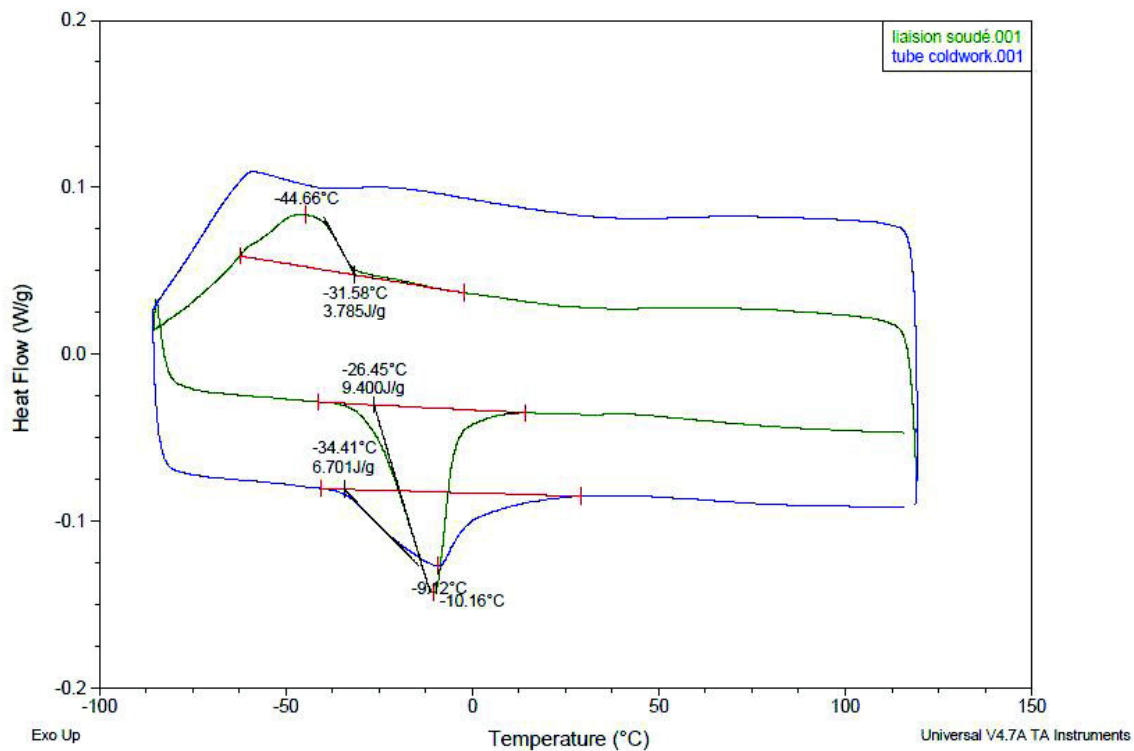


Figure 4.3: Courbes de DSC avant traitement de vieillissement pour des échantillons éloignés de la zone soudée (courbe bleu) et dans la zone soudée (courbe verte).

Les courbes de la figure 4.4 sont obtenues pour des échantillons DSC éloignés de la zone soudée, avant (courbe bleu) et après (courbe verte) traitement de vieillissement ; elles caractérisent l'influence du traitement thermique sur la partie du tube loin de la zone soudée. L'observation de la courbe verte montre que le traitement de vieillissement fait apparaître une transformation très nette tant au refroidissement qu'au chauffage, avec des températures pics de  $31,9^{\circ}\text{C}$  au refroidissement et de  $40,3^{\circ}\text{C}$  au chauffage, soit une hystérésis de l'ordre de  $8^{\circ}\text{C}$ . Cette

hystérésis faible est caractéristique d'une transformation entre phase austénitique et phase R, ce qui est confirmé par une chaleur de transformation de l'ordre de 5 à 7J/g tant au refroidissement qu'au chauffage. La température minimum de l'expérience de DSC au refroidissement égale à -90°C semble avoir été insuffisante pour provoquer la transformation entre phase R et martensite. L'interprétation de la courbe de DSC avant traitement est plus délicate, des mesures interrompues lors du refroidissement auraient été nécessaires pour déduire la séquence véritable de transformation, ce qui n'a pas été fait dans la mesure où par la suite, tous les assemblages ont été traités thermiquement.

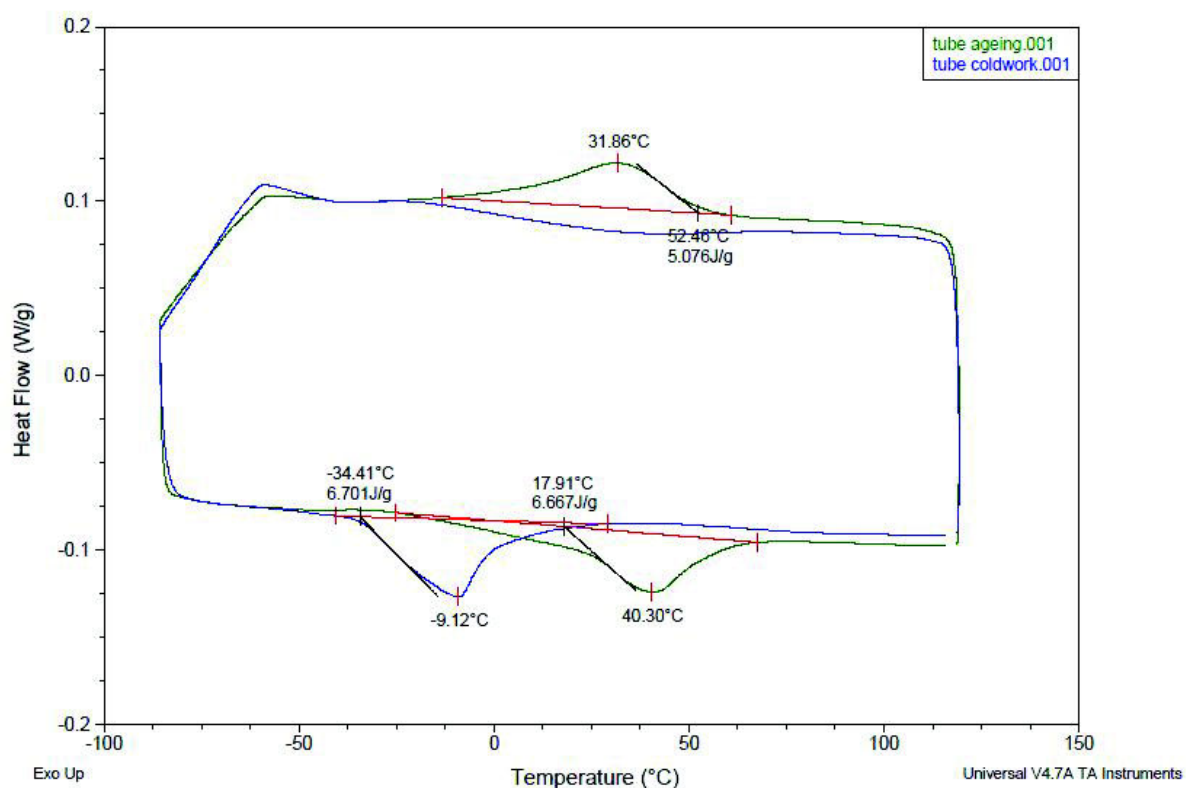


Figure 4.4: Courbes de DSC pour des échantillons éloignés de la zone soudée avant (courbe bleu) et après (courbe verte) traitement de vieillissement.

La figure 4.5 montre l'influence du traitement thermique sur un échantillon DSC extrait de la zone soudée. Avant traitement, la transformation observée est une transformation directe entre phase austénitique et phase martensitique, telle qu'observée pour des échantillons recuits à des températures élevées, typiquement entre 700°C et 800°C (Figure 1.3, Massalski et al. 1990) conduisant à des recristallisations.

Après traitement, le comportement observé est complexe; ceci n'est pas surprenant car comme nous le verrons par la suite, l'échantillon DSC prélevé dans la zone de soudage est fortement hétérogène, constitué de partie fondue puis resolidifiée, de matériau thermiquement affecté par le soudage, et peut-être une partie proche du matériau initial loin du cordon de soudure.

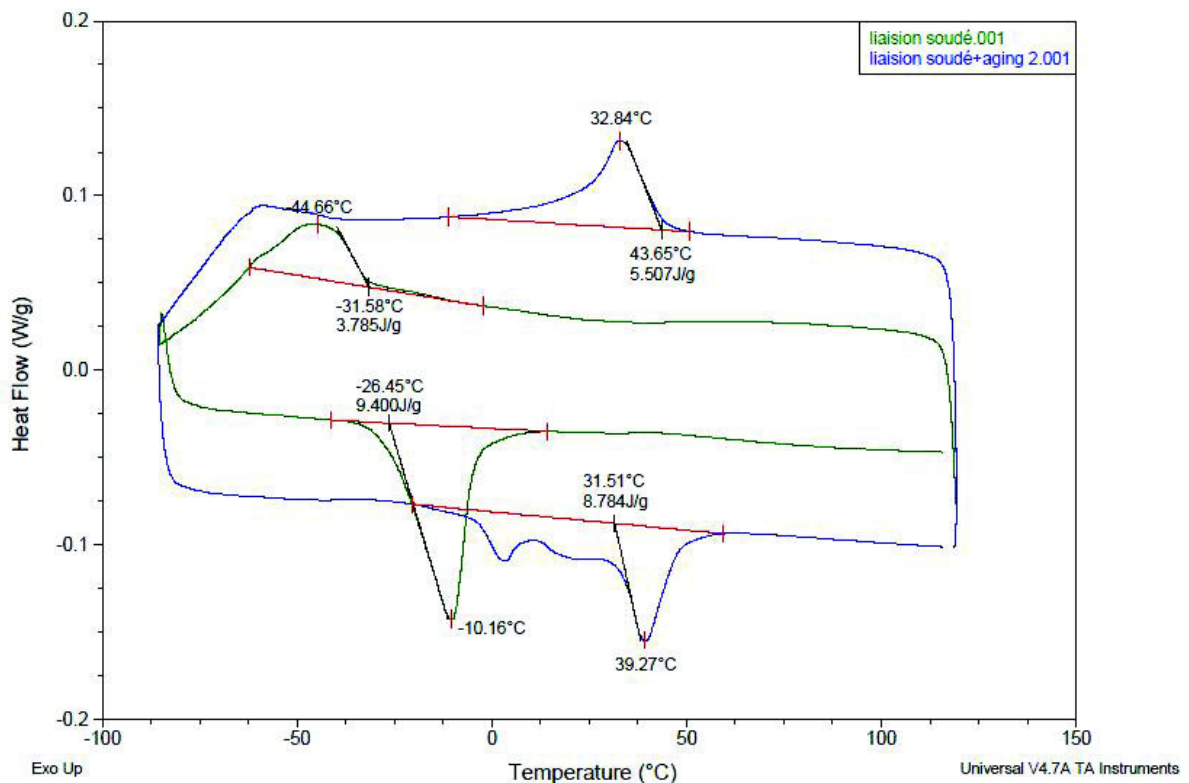


Figure 4.5: Courbes de DSC pour des échantillons dans la zone soudée avant (courbe verte) et après (courbe bleue) traitement de vieillissement.

La figure 4.6 montre le comportement en transformation des parties éloignée (courbe verte) ou dans la zone soudée (courbe bleu) après traitement de vieillissement. Les deux échantillons présentent une transformation austénite-phase R aux alentours de 32°C au refroidissement et 40°C au chauffage. Les autres transformations, par exemple entre phase R et martensite au refroidissement et martensite-austénite au chauffage sont peu marquées, et difficilement interprétables, en particulier du fait de la forte hétérogénéité probable de l'échantillon provenant de la zone soudée.

En conclusion, il apparaît clairement que le traitement de vieillissement a une tendance à homogénéiser le comportement en transformation, tout au moins pour des transformations



induites thermiquement.

Tous les assemblages qui seront réalisés et étudiés par la suite seront traités suivant la séquence:

- Découpe des échantillons dans les tubes fournis par Minitubes, à savoir brut d'étirage à froid, après l'opération de démandrinage.
- Polissage et attaque chimique de ces échantillons décrit à la section 3.2.2 du chapitre 3,
- Soudage en utilisant le dispositif décrit à la section 3.2.4 du chapitre 3,
- Traitement thermique à 350°C pendant une heure.

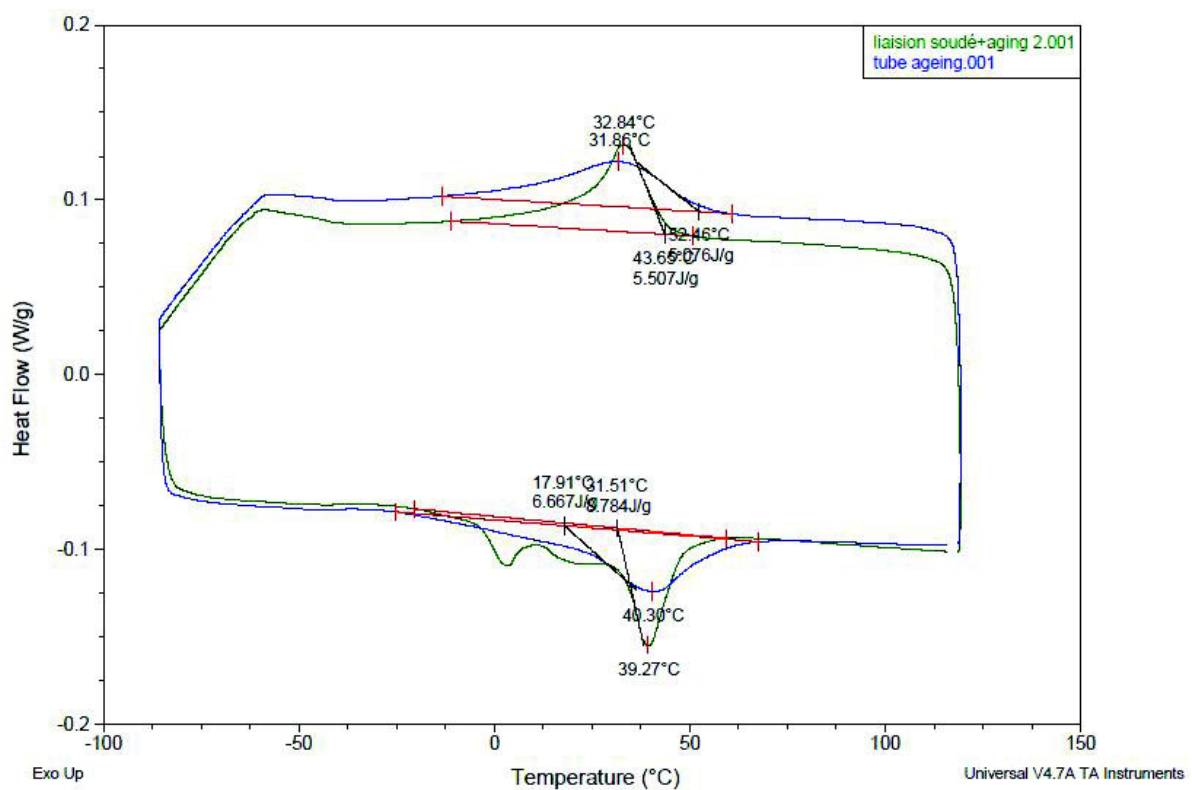


Figure 4.6: Courbes de DSC après traitement de vieillissement pour des échantillons éloignés de la zone soudée (courbe bleu) et dans la zone soudée (courbe verte).

## 4.2. Caractérisation de la liaison soudée entre tubes

### 4.2.1. La liaison et sa dimension

Nous avons mesuré les caractéristiques géométriques des cordons de soudure réalisés. Cette étude a été faite avec des tubes de diamètre 6,1mm et d'épaisseur 0,12mm. Les paramètres de soudage sont  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}=15J$ ,  $E_{puls2}=145J$  et  $F=100N$ , 3 échantillons S1, S2 et S3 ont été

étudiés (Figure 4.7.a), et pour chaque échantillon la largeur du cordon soudée  $L$  (en  $\mu\text{m}$ ) a été mesurée pour 9 sections représentées Figure 4.7.b. La mesure est effectuée sur une observation en microscopie optique, telle que représentée Figure 4.7.c Tous les résultats sont présentés dans la tableau 4.1. La figure 4.7.d représente la forme des cordons de soudure pour les 3 assemblages observés. L'échantillon S2 a un cordon de soudure très régulier, de largeur de  $580 \pm 150 \mu\text{m}$ . Cette largeur moyenne est très supérieure à l'épaisseur des tubes, qui n'est que de  $100 \mu\text{m}$ . Les cordons de soudure pour les échantillons S1 et S3 présentent une réduction de largeur à une extrémité, particulièrement pour S1. Néanmoins les moyennes des largeurs de cordons de soudures pour les 3 échantillons sont de l'ordre de  $500 \mu\text{m}$ .

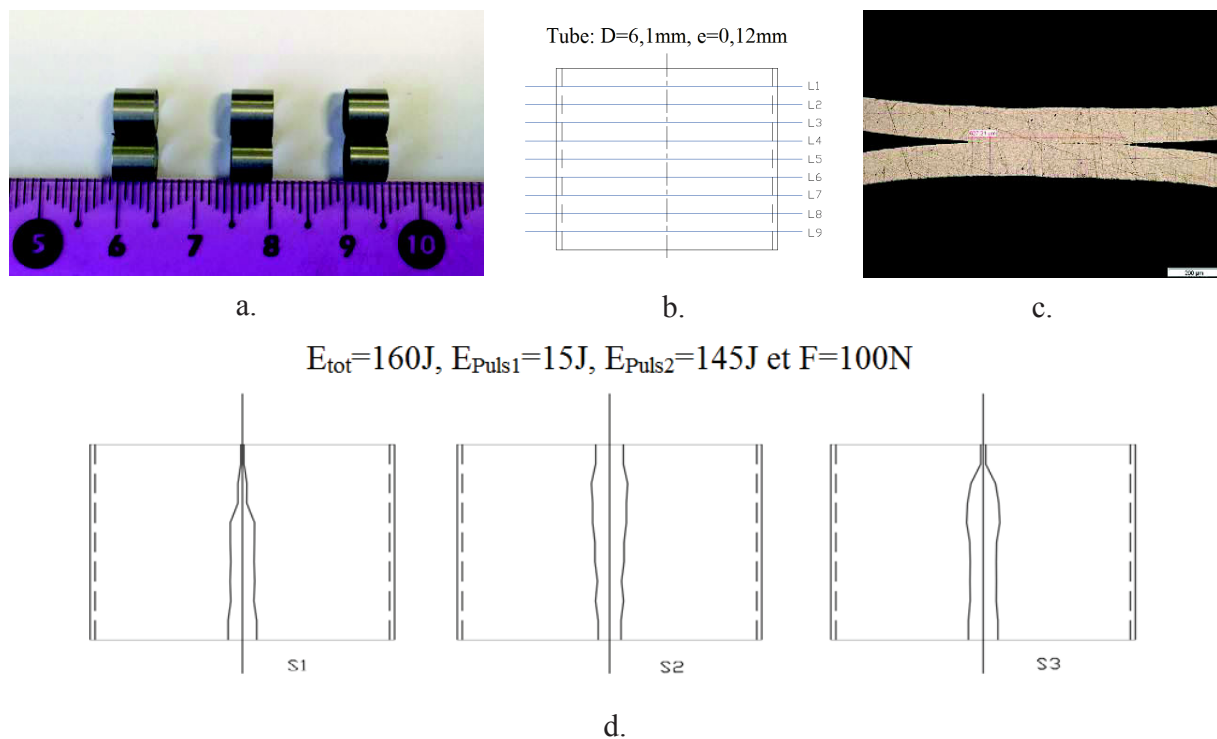


Figure 4.7: a. Les 3 échantillons soudés étudiés; b. Définition des 9 sections observées; c. Un exemple de section observée en microscopie optique; d. Forme des 3 cordons.

Tableau 4.1: Largeur du cordon de soudure

Section	S1	S2	S3
L1 (µm)	67	552	98
L2 (µm)	179	726	493
L3 (µm)	176	679	627
L4 (µm)	487	591	664
L5 (µm)	484	580	537
L6 (µm)	467	498	523
L7 (µm)	493	487	532
L8 (µm)	463	566	525
L9 (µm)	570	458	590

#### 4.2.2. Les propriétés métallurgiques de la liaison soudée

Chaque assemblage est observé par microscopie optique et microscopie électronique à balayage, en 4 sections telles que représentées sur la figure 4.8.a. La photographie de cette figure 4.8.a est une vue du cordon de soudure après rupture de la liaison lors de l'essai de traction sur la soudure. Sur les sections préparées pour les observations en microscopie, des essais de microdureté seront réalisés. Tous les échantillons sont polis au papier de verre et pâtes diamantées jusqu'à 0,1 µm et attaqué chimiquement par la solution  $5\text{H}_2\text{O} + 1\text{HF} + 4\text{HNO}_3$  pendant 10 secondes à température ambiante.

Le photographie 4.8.b présentent la microstructure observée en microscopie électronique sur la partie du tube éloignée de la soudure. Cette observation est faite après traitement thermique. La taille des grains est de l'ordre de 15 à 20 µm.

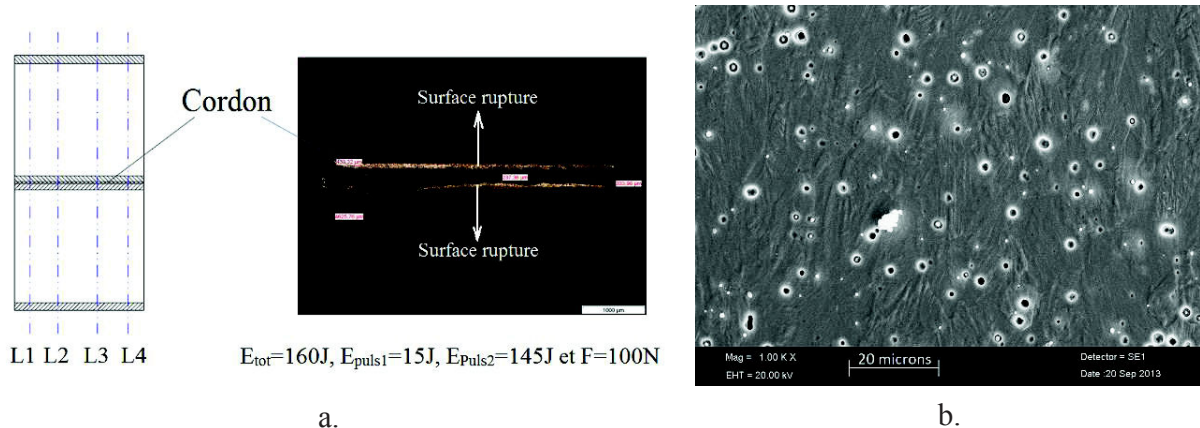
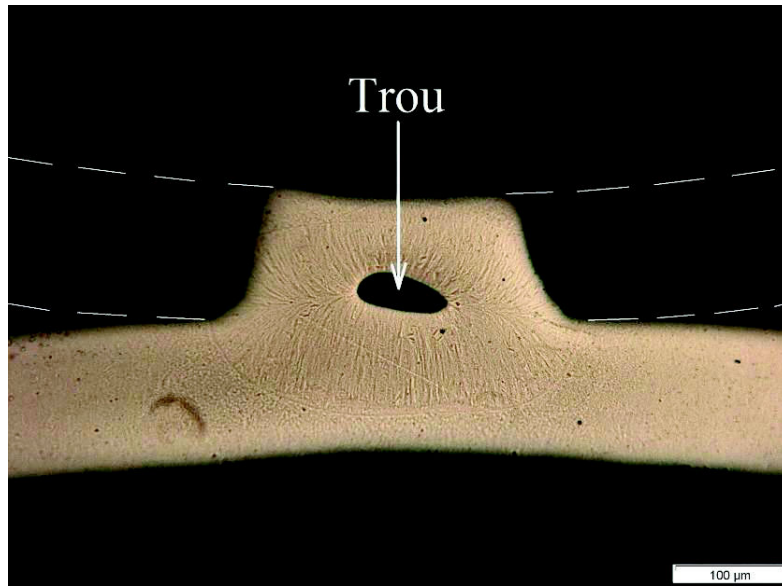


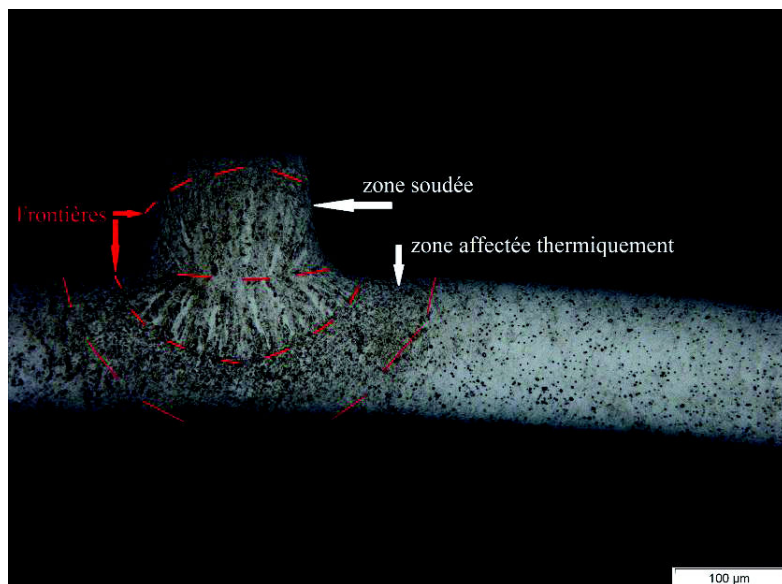
Figure 4.8: Observation la microstructure de la liaison soudée

#### 4.2.2.1. Microstructure de la liaison soudée

Les photographies de la figure 4.9 ont été obtenues par microscopie optique pour les sections L1 et L2 définies sur la figure 4.8.a, après l'essai de traction et rupture réalisé sur la liaison. La photographie 4.9.a montre la section transversale L1 qui est préparée par simple polissage mécanique. Les traits en pointillés représentent le second tube de l'assemblage ; dans le cas de cet assemblage, la rupture a eu lieu par rupture dans l'épaisseur de ce second tube. L'existence dans cette section L1 d'un trou, de type retassure, montre que lors de l'opération de soudage, il y a eu déplacement de matière lors des étapes de fusion solidification impliquées par le soudage. La figure 4.9.a fait apparaître qu'il existe une zone centrée autour du contact entre les tubes qui a subi une fusion puis resolidification lors du soudage. Cette zone que l'on désignera par la suite par zone soudée (ZS) est délimitée par une frontière peu visible sur cet échantillon poli mécaniquement. Les différentes zones apparaissent beaucoup plus nettement sur la photographie 4.9.b, obtenue sur la section transversale L2, après polissage mécanique et attaque chimique. Trois zones apparaissent. La première zone dite « zone soudée » centrée sur la zone de contact entre les deux tubes est caractérisée par des grains assez gros, allongés et dirigés du centre de la soudure vers la périphérie. Une deuxième zone, dite « zone affectée thermiquement » (ZAT) comporte des grains plus petits et sphériques. Une troisième zone est constituée du matériau initial. Il n'existe pas de frontière facilement observable en microscopie entre ZAT et matériau initial.



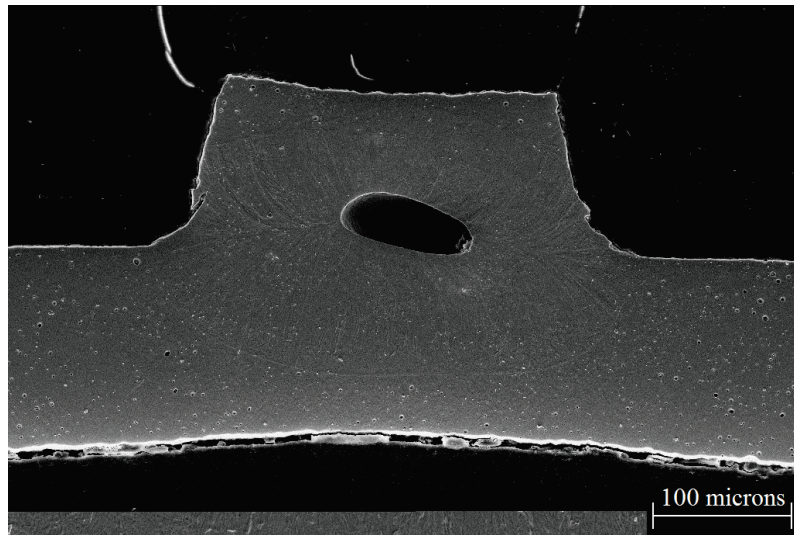
a.



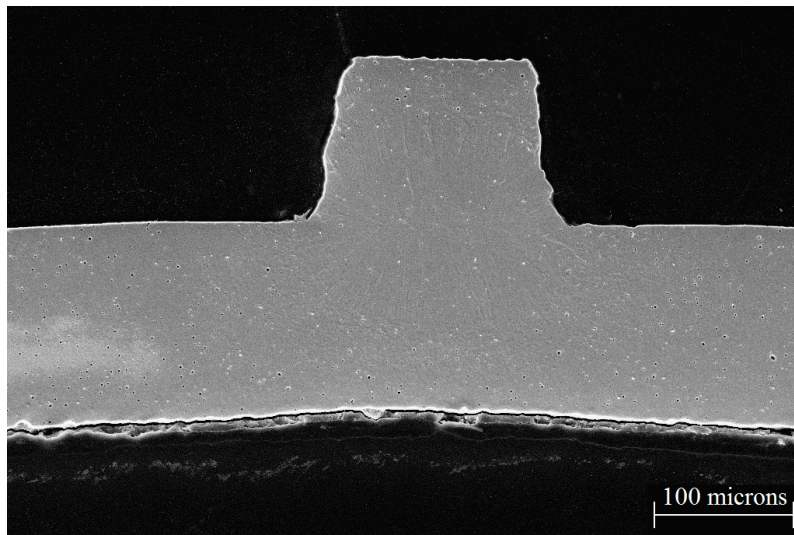
b.

Figure 4.9: Observation des sections transversales de la liaison soudée par microscopie optique; a. Après polissage mécanique (section L1); b. Après polissage et attaque chimique (section L2)

Les photographies de la figure 4.10 ont été obtenues par microscopie électronique à balayage pour les sections L1 et L2 définies sur la figure 4.8.a, toutes avec le même grossissement. A cette échelle d'observation et avec le mode de préparation des échantillons, les grains ne sont pas visibles. A petit grossissement, la microscopie optique est suffisante pour observer la microstructure.



a.



b.

Figure 4.10: Observation des sections transversales de la liaison soudée par microscopie électronique à balayage; a. section transversale L1; b. section transversale L2;

La figure 4.11 montre des observations par MEB de la section L1 pour des grossissements plus importants. Sur les Figures b, c et d apparaissent des plaquettes de phase martensitique. La



figure b permet de détecter la frontière entre la zone soudée (ZS) et la zone affectée thermiquement (ZAT).

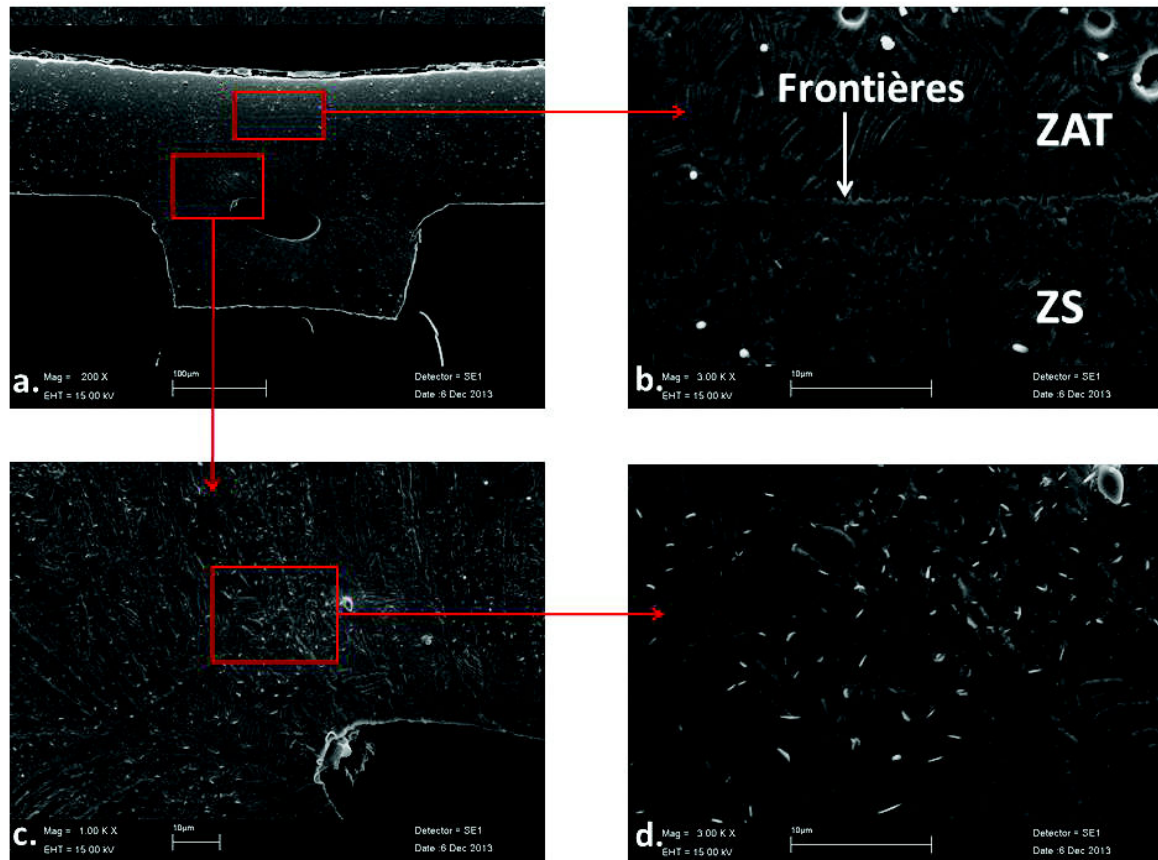


Figure 4.11: Observation de la section L1 par MEB à différents grossissements.

La figure 4.12 montre des observations par MEB de la section L3 à des grossissements plus importants. Dans toutes les zones apparaissent des plaquettes de phase martensitique. Dans la photographie 4.12.a, nous voyons que la frontière entre les deux zones ZS et ZAT n'est pas marquée. La taille des grains dans cette zone-la est de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ . Ce phénomène est aussi trouvé dans la photo 4.12.b. La microstructure de la zone soudée est constituée de grains allongés orientés vers la périphérie de la zone soudée (photo 4.12.b et 4.12.c). Au centre de la zone soudée (4.12.d) apparaît une frontière correspondante à la zone de contact entre les deux tubes avant soudage.

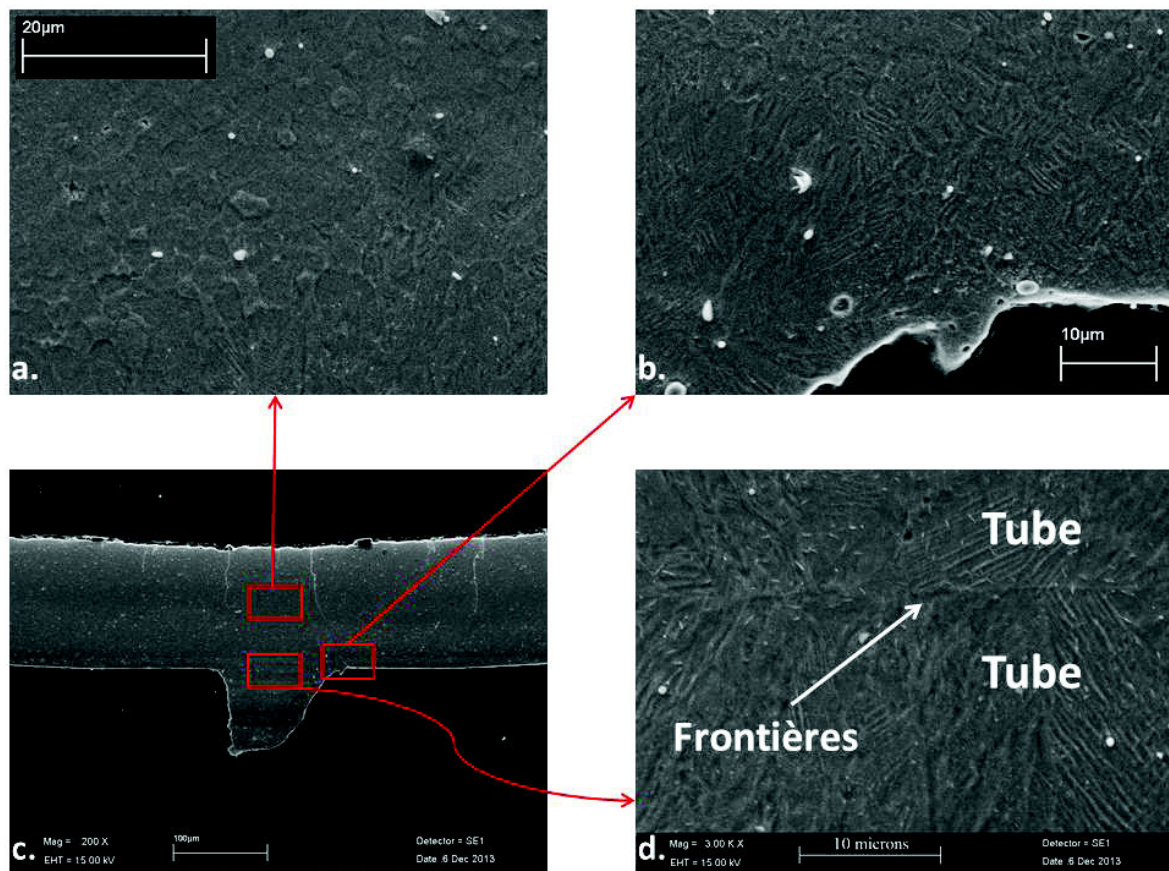


Figure 4.12: Observation de la section L3 par MEB à différents grossissements.

#### 4.2.2.2. Composition de la liaison soudée

Les compositions du tube initial et de la liaison soudée ont été déterminées par spectrométrie en énergie de type EDS (Energy Dispersive Spectrometry), comme présentée dans la section 2.3.3. La figure 4.13 montre que les spectres sont identiques dans la zone soudée et dans le matériau du tube initial. Le soudage ne conduit pas à des changements de composition en éléments Ni et Ti.

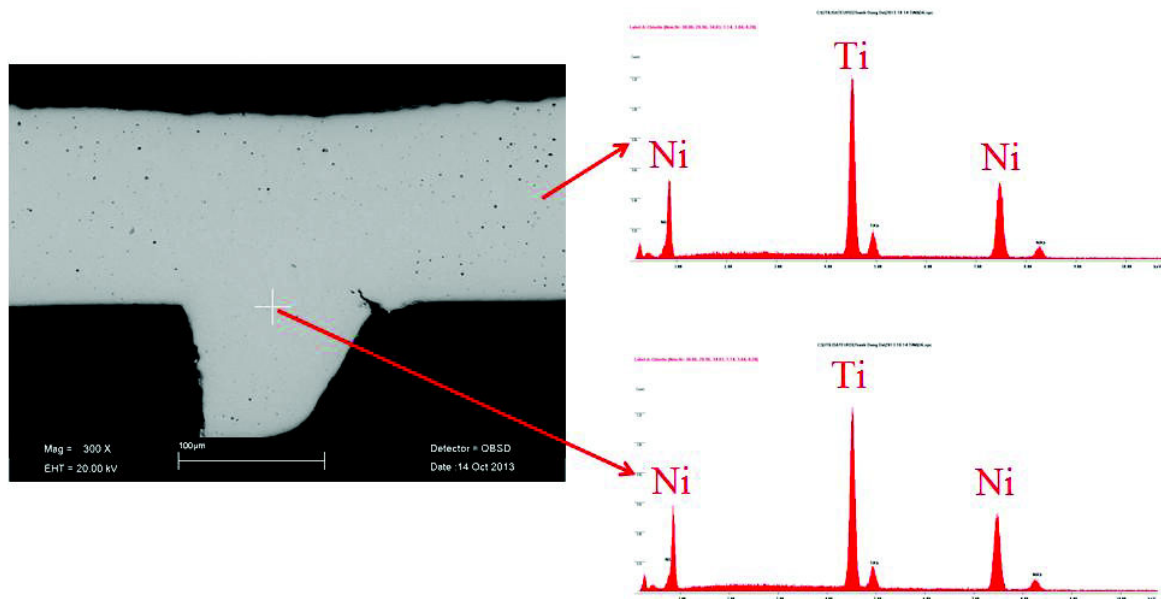
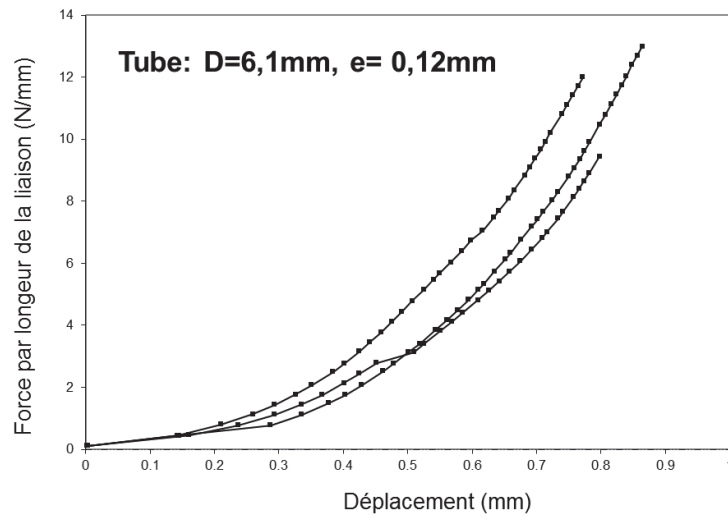


Figure 4.13: L'analyse d'EDS sur la liaison soudée.

### 4.2.3. Les propriétés mécaniques de la liaison soudée

#### 4.2.3.1. Résistance en traction de la liaison soudée

La figure 4.14.a représente les résultats de 3 mesures de résistance en traction de la liaison soudée après traitement thermique de vieillissement, pour un assemblage de tubes de diamètre 6.1mm et d'épaisseur 0.12mm. Les 3 essais présentés conduisent à des résultats raisonnablement répétitifs. La résistance moyenne de la liaison par unité de longueur du tube est de l'ordre de  $11 \pm 2$  N/mm. La Figure 4.14.b montre le mode de rupture, qui est la rupture de la paroi du tube à proximité de la liaison soudée. Les résultats obtenus ici sont à comparer à ceux obtenus pour les assemblages de tubes de diamètre  $D=6\text{mm}$  et  $e=0.3\text{mm}$  après traitement d'aging, représentés par la courbe rouge de la Figure 4.2. Dans ce dernier cas, la résistance moyenne de la liaison par unité de longueur du tube était de l'ordre de  $30 \pm 5$  N/mm. Il apparaît que lorsque la rupture de la liaison a lieu par rupture de la paroi du tube au voisinage de la liaison soudée, la résistance de la liaison est logiquement quasi proportionnelle à l'épaisseur de la paroi du tube, pour des traitements thermiques identiques.



a.



b.

Figure 4.14: Résistance de la liaison soudée du tube de type 1.

#### 4.2.3.2. Mesure de dureté au voisinage de la liaison soudée

Afin de caractériser l'étendue de la zone soudée et de la zone thermiquement affectée, des essais de dureté Vickers ont été effectués à température ambiante. Tous ces essais sont réalisés après traitement de vieillissement. La figure 4.15.a représente la mesure de la trace de l'empreinte à partir de laquelle la dureté Hv est déterminée de manière standard (Cheng et al. 2001). La figure 4.15.b représente 4 mesures de dureté réalisées le long d'une circonférence d'une section du tube, dans la partie éloignée de la soudure, après traitement de vieillissement. A température ambiante, après traitement de vieillissement, la dureté du tube de NiTi, est de  $415 \pm 5H_v$ .

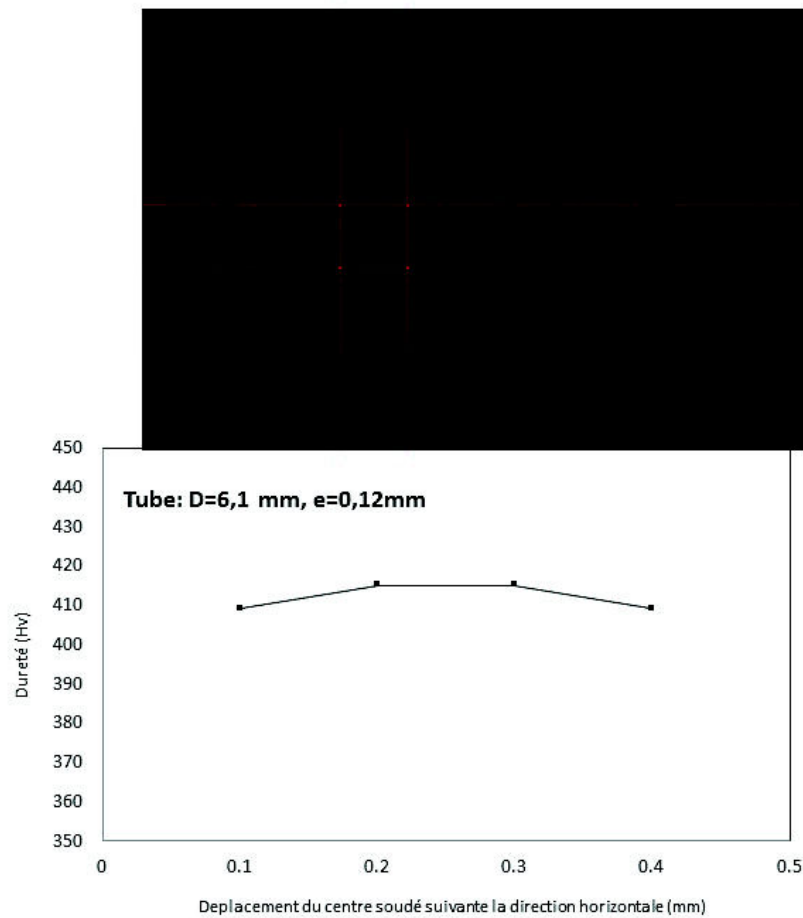


Figure 4.15: Mesure de dureté du tube dans la zone éloignée de la soudure, après traitement de vieillissement.

La figure 4.16 représente les résultats des essais de dureté dans la zone soudée, toujours après traitement de vieillissement. Les paramètres de soudage étaient une énergie totale de charge du soudeur de  $E_{tot}=160J$ , une énergie du premier pulse  $E_{puls1}=15J$ , une énergie du second pulse  $E_{puls2}=145J$  et une force de contact  $F=100N$ . Les empreintes des essais de dureté apparaissent sur la Figure 4.16.a. Les essais de dureté sont effectués selon des lignes circulaires. Pour 4 sections transversales L1, L2, L3 et L4, 20 essais constitués de deux séries de 10 mesures réparties sur deux cercles ont été effectués. La figure 4.16.b représente les valeurs de la dureté en fonction de la distance du centre de la soudure, pour les 4 sections L1, L2, L3 et L4. A une distance donnée, pour une section, chaque point est la valeur moyenne de deux empreintes. Le trait continu représente la moyenne des mesures des 4 sections. A partir d'une distance de l'ordre de 0,5mm, la dureté obtenue est celle du tube éloignée de la soudure, i.e.  $415 \pm 5Hv$ . Les valeurs de dureté pour des distances comprises entre 0 et 0,2mm sont quasi-constantes, égales à  $325 \pm 20Hv$ . Cette



zone correspond à la zone soudée. Entre 0,2mm et 0,5mm la dureté varie continument ; cette zone est la zone affectée thermiquement lors du soudage. Les essais de dureté apparaissent comme révélateurs pour déterminer la largeur de la zone affectée thermiquement, difficilement identifiable sur les observation en microscopie (Fig.4.16a). Dans notre cas, la ZAT s'étend de 0,5mm de part et d'autre du centre de la soudure.

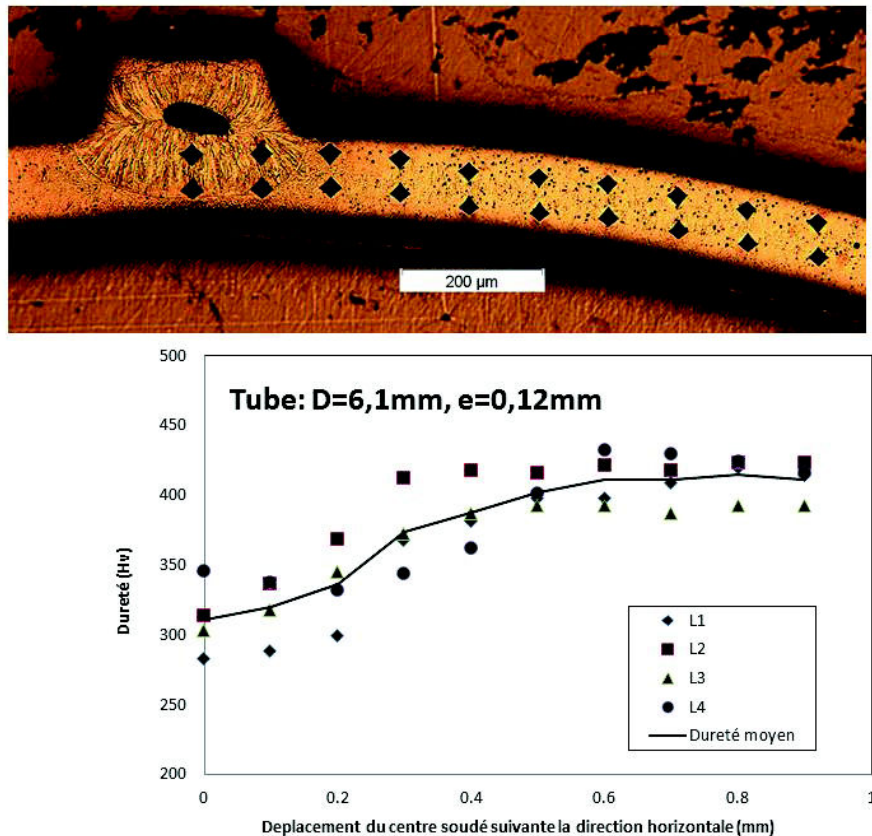


Figure 4.16: Mesure de la liaison soudée-  $E_{tot}= 160J$ ,  $E_{puls1}= 15J$ ,  $E_{puls2}= 145J$ ,  $F= 100N$ .

#### 4.2.4. Conclusions

Le paragraphe précédent a montré que la création de liaison entre tubes par soudage électrique était efficace et que le montage mis au point au chapitre 3 conduisait à des résultats raisonnablement répétitifs, comme le montre par exemple la répétabilité des essais de rupture en traction des assemblages. Les essais présentés ont été effectués sur des tubes de diamètre 6.1mm, d'épaisseur 0.12mm. Les paramètres de soudage étaient  $E_{tot}= 160J$ ,  $E_{puls1}= 15J$ ,  $E_{puls2}= 145J$ ,  $F= 100N$ . Avec ces paramètres des cordons de soudure de largeur moyenne 0,5mm ont été obtenus. Après soudage et traitement de vieillissement à 350°C pendant une heure, des observations



microstructurales et des essais de dureté ont mis en évidence trois zones autour du point de contact entre les tubes soudés. A proximité de ce point de contact, une première zone, dite zone soudée (ZS), est caractérisée par des grains allongés selon des directions périphériques. Une seconde zone, dite zone affectée thermiquement, suit la zone soudée dans laquelle les grains ont une taille d'environ 5microns. On retrouve ensuite le matériau de base du tube, pour lesquels les grains ont des tailles d'environ 15-20 microns (section 4.2.2). Des plaquettes de martensite sont observées dans les 3 zones à température ambiante. La composition dans la liaison soudée est identique à celle du tube initial, i.e. Ti-Ni quasi-équiatomique.

Pour les paramètres de soudage testés dans ce paragraphe, la résistance à la rupture en traction a été mesurée égale à  $11 \pm 2$  N/mm, pour des tubes d'épaisseur 0.12mm. La rupture de l'assemblage se fait par rupture des parois des tubes dans la zone immédiatement à proximité de la liaison.

### **4.3. Influence des paramètres « énergie » définissant le soudage sur les propriétés de la liaison soudée**

#### **4.3.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée**

Les essais présentés précédemment au §4.2 ont été effectués avec les paramètres de soudage suivant: énergies de soudage :  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}=15J$ ,  $E_{puls2}=145J$  ; force  $F= 100N$  et ont utilisé des tubes de type 1, i.e. de diamètre extérieur 6,1mm, et d'épaisseur 0,12mm.

Une première série d'essais concerne l'influence de l'énergie  $E_{puls2}$  utilisée lors du pulse 2 du soudage. La figure 4.17 représente la force de rupture par unité de longueur du cordon en fonction de l'énergie de soudage du pulse 2,  $E_{puls2}$ , pour deux valeurs de cette énergie égales à 145J et 45J, les autres paramètres valant  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}=15J$ ,  $F= 100N$ . Pour chaque jeu de paramètres, 3 assemblages de tube ont été soudés et 3 essais de traction réalisés. La résistance de la liaison n'est pas affectée par les valeurs de l'énergie du pulse 2, dans la gamme 45J-145J. Ce résultat sera analysé après observation microstructurale des liaisons réalisées.

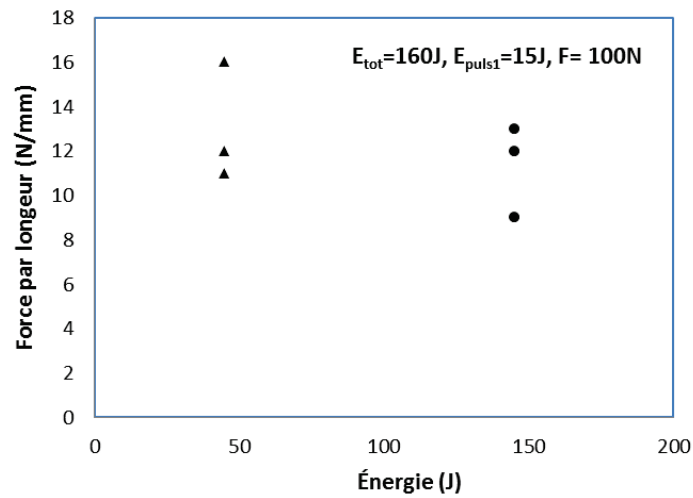


Figure 4.17: Influence de l'énergie du pulse 2  $E_{puls2}$  sur la résistance en traction de l'assemblage de 2 tubes  $D=6,1\text{mm}$ ,  $e=0.12\text{mm}$ .

Une seconde série d'essais concerne l'influence de l'énergie totale  $E_{tot}$  stockée dans la soudeuse avant réalisation de la soudure. Pour des valeurs fixes  $E_{puls1}=15\text{J}$ ,  $E_{puls2}=45\text{J}$ ,  $F= 100\text{N}$ , trois valeurs d'énergie totale  $E_{tot}$ , égales respectivement à 160J, 110J et 60J, ont été utilisées pour réaliser 3 séries de 3 assemblages. La figure 4.18 représente la force de rupture par unité de longueur du cordon en fonction de l'énergie de soudage totale  $E_{tot}$  pour les essais réalisés sur les 3 séries d'assemblages de tube. Il apparaît clairement que la résistance de la liaison augmente avec l'énergie totale de soudage. Ce résultat sera lui-aussi analysé après observation microstructurale des liaisons réalisées.

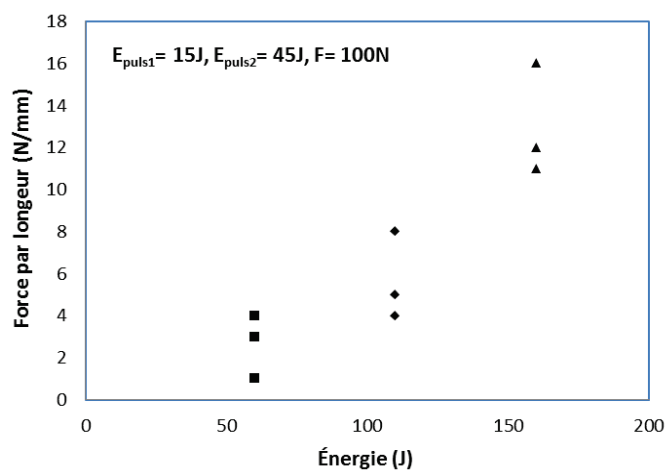
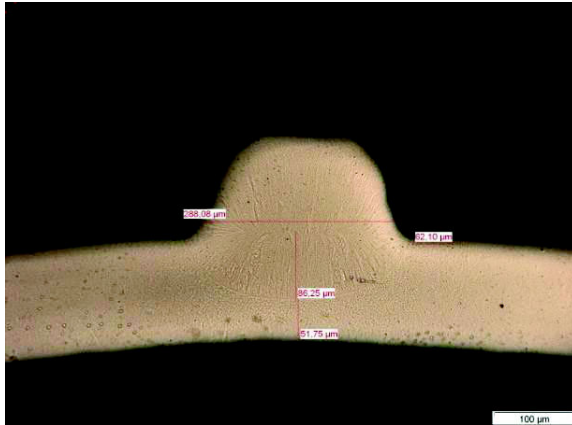


Figure 4.18: Influence de l'énergie de soudage totale  $E_{tot}$  sur la résistance de la liaison soudée du tube  $D=6,1\text{mm}$ ,  $e=0.12\text{mm}$ .

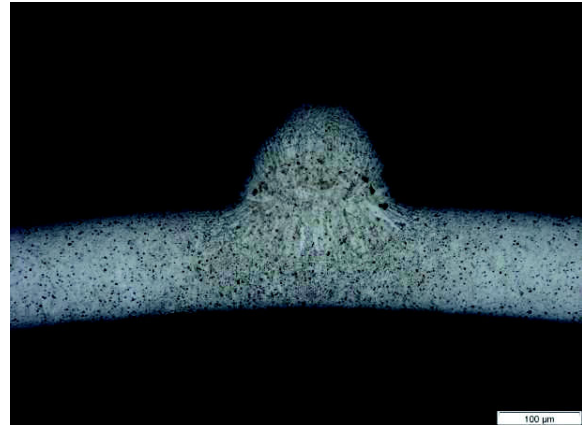
### 4.3.2. Effet de l'énergie de soudage sur la microstructure

La figure 4.19 présente les microstructures observées par MEB (colonne de gauche) et par microscopie optique (colonne de droite), dans des sections des assemblages présentés au § 4.3.1. Les photographies c) et d) de la ligne centrale ont été obtenues avec les paramètres de soudage  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}= 15J$ ,  $E_{puls2}= 45J$ ,  $F=100N$ . Les photographies a) et b) de la première ligne ont été obtenues avec une énergie totale plus faible comparée à c) et d), avec les paramètres  $E_{tot}=110J$ ,  $E_{puls1}= 15J$ ,  $E_{puls2}= 45J$ ,  $F=100N$ . Les photographies e) et f) de la dernière ligne ont été obtenues avec une énergie du pulse 2 plus forte comparée à c) et d), avec les paramètres  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}= 15J$ ,  $E_{puls2}= 145J$ ,  $F=100N$ .

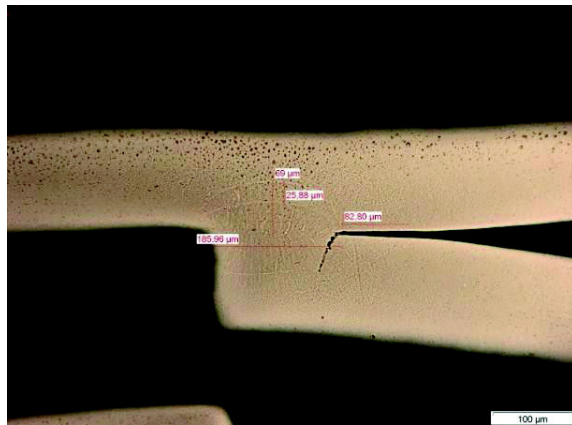
Il est difficile de tirer des conclusions des observations des microstructures présentées. Pour les 3 jeux de paramètres ici présentés, toutes les images montrent l'existence d'une zone soudée, séparée par une frontière de la zone affectée thermiquement. Par contre, les tailles des zones soudées, des lignes de contact, dépendent pour un assemblage de la section observée, comme illustré sur la Figure 4.7.d. Nous avons préféré analyser l'influence des paramètres de soudage sur des résultats issus de mesure de dureté.



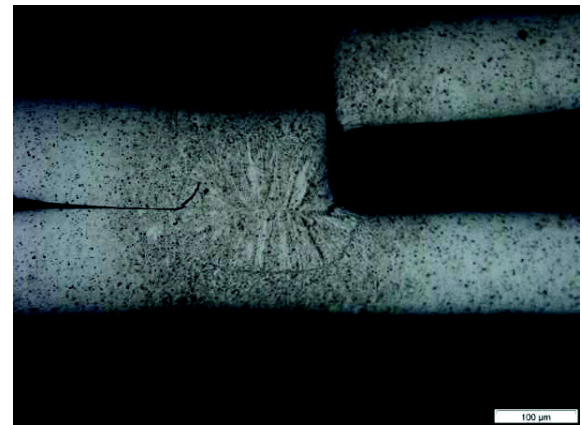
a.



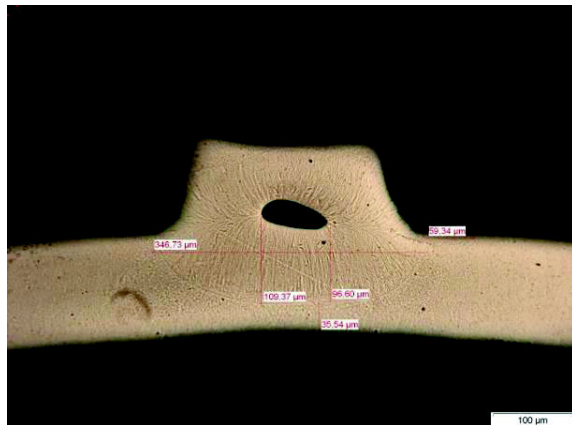
b.



c.



d.



e.



f.

Figure 4.19: Microstructure de la liaison à des énergies différentes;  
a. et b.  $E_{\text{tot}}=110\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ ; c. et d.  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ ;  
e. et f.  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=145\text{J}$ ;

### 4.3.3. Effet de l'énergie de soudage sur la dureté

La figure 4.20 représente les profils de dureté en fonction des paramètres de soudage. La valeur de dureté est en chaque position la moyenne des duretés mesurées pour les 4 sections de L1 à L4, de manière identique à la courbe en trait continu de la Figure 4.16. Les positions où sont effectués les mesures de dureté sont indiquées, pour une section donnée, sur les micrographies correspondantes.

Les micrographies et profils de la Figure 4.20.a sont pour les deux valeurs de l'énergie du pulse 2, i.e.  $E_{\text{puls2}}$  égale à 145J et 45J, les autres paramètres valant  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $F=100\text{N}$ . Les observations et profils de la Figure 4.20.b sont pour les deux valeurs de l'énergie totale, i.e.  $E_{\text{tot}}$  égale à 160J et 110J, les autres paramètres valant  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $F=100\text{N}$ .

Les profils de dureté de la Figure 4.20.a montrent que la diminution de l'énergie du pulse 2 conduit à diminuer les largeurs des zones soudées et des zones affectées thermiquement. La largeur de la zone soudée passe d'environ 0,2mm à 0,1mm. La largeur de la ZAT passe de 0,5mm à moins de 0,3mm.

Les profils de dureté de la Figure 4.20.b montrent que la diminution de l'énergie totale stockée dans le soudeur avant soudage,  $E_{\text{tot}}$ , conduit à augmenter la largeur des zones affectées thermiquement, qui passe de moins de 0,3mm à plus de 0.5mm.

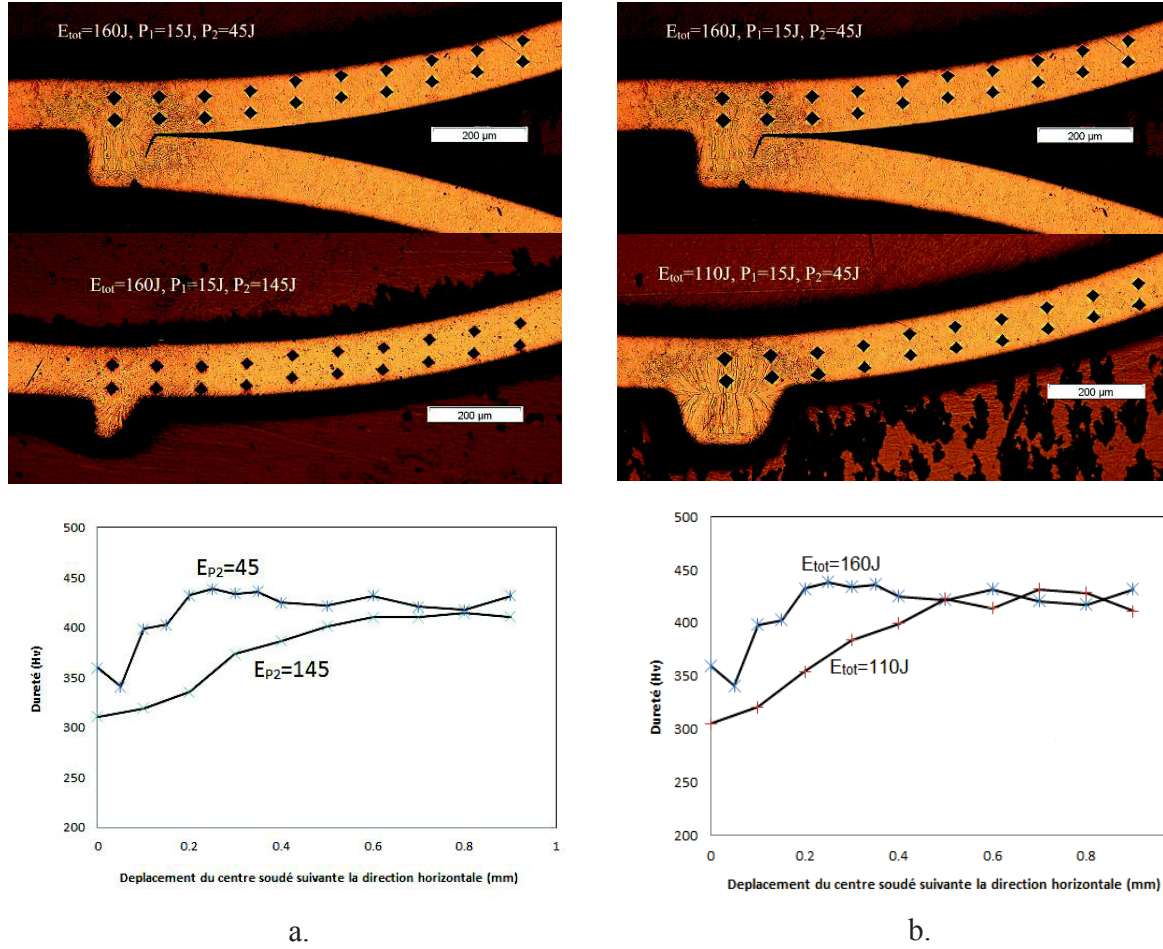


Figure 4.20: Effet des paramètres “énergie de soudage” sur les microstructures et sur les profils de dureté; a. Effet du pulse 2; b. Effet de l'énergie totale

#### 4.3.4. Discussion

i) Le soudage par résistance électrique utilisé dans cette étude consiste à stocker une énergie totale  $E_{tot}$  dans la capacité du soudeur, d'en décharger une première partie  $E_{puls1}$  lors du pulse 1 de durée  $t_{puls1}$ , puis une seconde partie  $E_{puls2}$  lors du pulse 2 de durée  $t_{puls2}$ . Pour un condensateur de capacité  $C$  se déchargeant dans un circuit résistif de résistance  $R$ , la tension  $U(t)$  aux bornes du condensateur s'écrit :

$$U(t) = E.e^{\left(\frac{-t}{\tau}\right)} \quad (4.1)$$

où  $E$  est la tension au début de la décharge à  $t=0$  et où  $\tau = RC$  est un temps caractéristique.

L'énergie électrique stockée dans le condensateur s'écrit à tout instant :



$$W_e = \frac{1}{2} C.U^2 \quad (4.2)$$

La figure 4.21.a montre les courbes de décharge en énergie du condensateur, pour les 3 réglages  $E_{tot} = W_e(t=0)=160J$  (Courbe bleu),  $E_{tot} =110J$  (Courbe verte) et  $E_{tot} =60J$  (Courbe rouge) en fonction du temps normé par le temps caractéristique  $\tau$ . Ce temps caractéristique dépend de la capacité  $C$  du soudeur et de la valeur  $R$  de la résistance constituée par les métaux en contact.  $R$  et  $C$  sont inconnus.

Des équations ci-dessus, on en déduit :

$$t_{puls1} = \tau \cdot \ln \left( \sqrt{\frac{E_{tot}}{E_{tot} - E_{puls1}}} \right) \quad (4.3)$$

et

$$t_{puls2} = \tau \cdot \ln \left( \sqrt{\frac{E_{tot} - E_{puls1}}{E_{tot} - E_{puls1} - E_{puls2}}} \right) \quad (4.4)$$

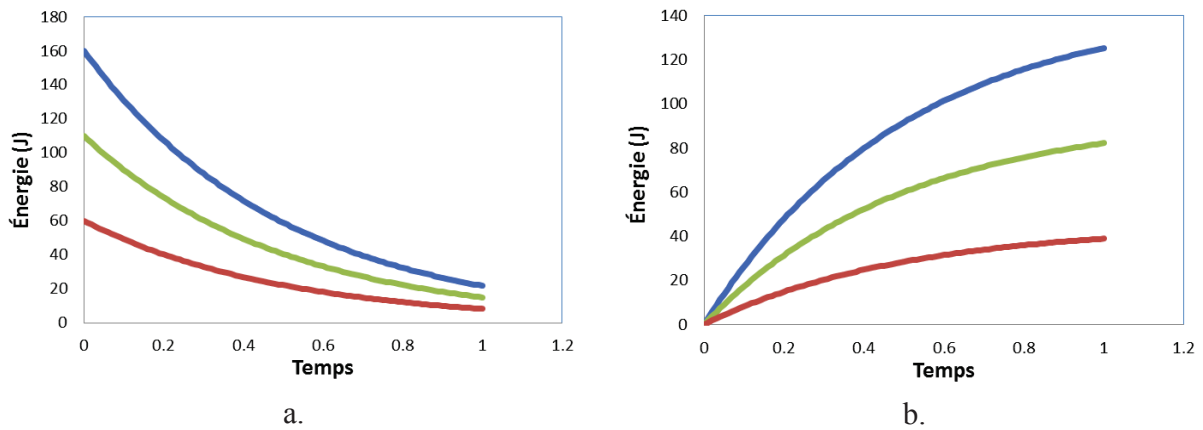


Figure 4.21: L'énergie en fonction du temps normée par le temps caractéristique  $\tau$ ; a. La décharge de l'énergie du soudeur; b. La délivrance de l'énergie du pulse 2 pour  $E_{puls1}=15J$ .

De même, la figure 4.21.b les courbes de délivrance de l'énergie du pulse 2, pour les 3 réglages  $E_{tot} =160J$ ,  $E_{puls1} =15J$  (Courbe bleu),  $E_{tot} =110J$ ,  $E_{puls1} =15J$  (Courbe verte) et  $E_{tot} =60J$ ,  $E_{puls1} =15J$  (Courbe rouge). Dans ces courbes, les temps sont aussi normés par  $\tau$ .

Ces rappels vont être utilisés dans la discussion des résultats précédents:

ii) Il a été montré que pour les réglages  $E_{tot}=160J$ ,  $E_{puls1}=15J$ , un soudage efficace était obtenu pour les deux valeurs d'énergie du pulse 2,  $E_{puls2}=145J$  et  $45 J$ . Dans les 2 cas, la délivrance de l'énergie lors du pulse 2 suit la courbe bleu de la figure 4.21.b). Ce résultat signifie que les 45 J sont suffisants pour créer la zone soudée. Comme indiquée sur la Figure 4.20.a, le surplus

d'énergie apportée dans le cas  $E_{\text{puls2}}=145\text{J}$  comparé au cas  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$  conduit à une augmentation de la largeur de la zone soudée et de la zone affectée thermiquement.

iii) Il a été montré que pour les réglages  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$  et  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ , les résultats du soudage étaient fortement influencés par la valeur de l'énergie totale initiale stockée dans le soudeur,  $E_{\text{tot}}$ . Comme montré dans la figure 4.21.b, la délivrance de l'énergie lors du pulse 2 suit la courbe bleu pour  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ , verte pour  $E_{\text{tot}}=110\text{J}$  et rouge pour  $E_{\text{tot}}=60\text{J}$ . On voit que dans ça, le temps nécessaire pour apporter lors du pulse 2 l'énergie suffisante pour le soudage est fortement influencée par la valeur de réglage pour  $E_{\text{tot}}$ . A titre d'illustration, si on estime que 40 J sont nécessaires, il faudra un temps normé égal successivement à 0,16 puis 0,28 puis 1,1 pour les valeurs de  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ , puis 110J puis 60J. Augmenter les temps de délivrance de l'énergie lors du pulse 2 permet aux phénomènes de conduction dans les parois des tubes d'avoir un effet significatif et ainsi une part significative de l'énergie fournie n'est pas utilisée pour réaliser le soudage.

## **4.4. Influence des paramètres de soudage sur les propriétés de la liaison soudée**

### **4.4.1. Influence de la force de contact**

#### **4.4.4.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée**

Tous les essais ont été réalisés avec des tubes de type 2, de diamètre 6mm et d'épaisseur 0,3mm. Les paramètres de soudage étaient  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ . Les mesures de traction sur les assemblages ont été effectués après traitement de vieillissement à 350°C pendant 1 heure. Des assemblages ont été effectués avec 7 valeurs de force de contact, s'étageant entre 30 et 250N. Pour chaque valeur de force de contact, 3 assemblages ont été réalisés et testés.

La Figure 4.22 représente les résultats obtenus pour tous les assemblages, avec en abscisse la valeur de la force de contact et en ordonnée la valeur de la force de rupture par unité de longueur des tubes. Bien que les résultats soient dispersés, ils montrent que la résistance de la liaison soudée est influencée par la valeur de la force de contact. L'optimum semble être obtenu pour des forces de contact comprises entre 100 et 200N, pour laquelle une résistance d'environ 50N/mm est obtenue.

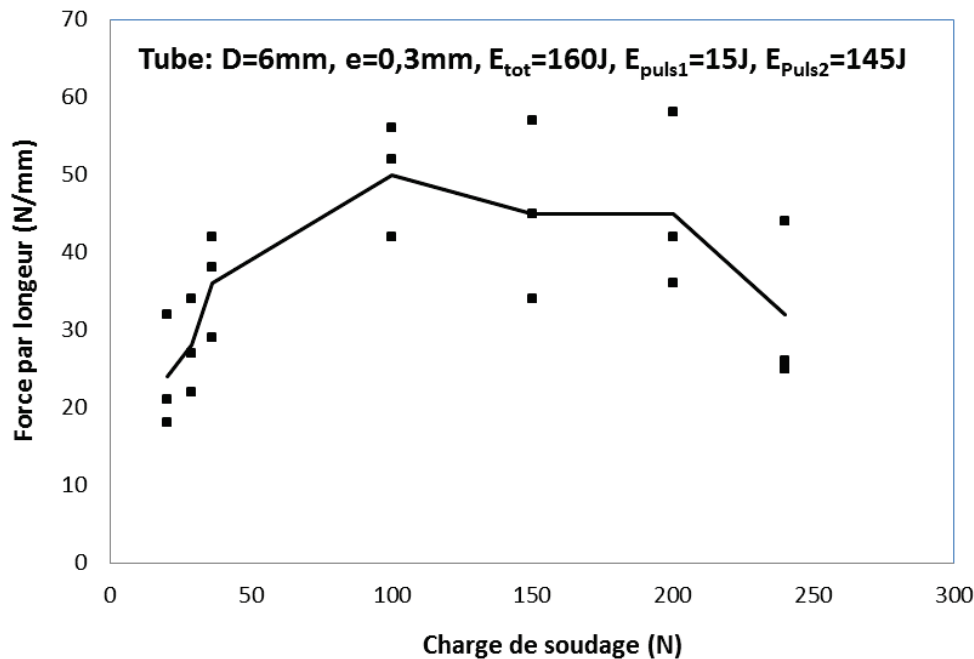


Figure 4.22: Influence de la force de contact appliquée pendant le soudage sur la résistance de la liaison.

#### 4.4.4.2. Influence sur la dureté

Des essais de dureté ont été effectués sur les assemblages précédents pour les forces de contact de 100 et 200N.

Le protocole expérimental est identique à celui exposé au §4.2.3.2 pour des assemblages réalisés avec des tubes de type 1, d'épaisseur 0,12mm. Ici, les tubes sont de type 2, d'épaisseur 0.3mm. La Figure 4.23.a montrent les deux zones où ont été effectuées les mesures de dureté, loin de la zone soudée (Figure 4.23.b) et à proximité de la liaison soudée (Figure 4.23.c). Le profil de dureté représenté sur le graphique 4.23.d est celui obtenu loin de la zone soudée (Figure 4.23.b). La dureté obtenue pour le tube de type 2 après traitement d'aging à 350°C pendant une heure est égale à  $330 \pm 10\text{Hv}$  ; elle est différente de celle du tube 1, égale à  $415 \pm 5\text{Hv}$ . Ceci peut s'expliquer si l'on considère le fait que, pour un alliage à mémoire de forme NiTi donné, les résultats des mesures de dureté sont fortement influencées par la température de l'essai (Amini et al. 2013). Aussi, pour une température d'essai donnée, les résultats de mesures de dureté pour deux alliages NiTi sont fortement dépendantes de l'ensemble de l'histoire thermomécanique du matériau, au fait que cette histoire conditionne les températures de transformation et donc les comportements du matériau à la température de l'essai (Favier et al. 2006).

Les résultats des mesures de profils de dureté dans la zone à proximité de la liaison soudée

sont représentés Figure 4.24 b pour deux forces de contact  $F=100\text{N}$  et  $F=200\text{N}$ , les paramètres de soudage étant  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=145\text{J}$ . Les 2 profils sont similaires.

Pour les paramètres de soudage testé, les résistances et les profils de dureté sont indépendants de la force de contact dans la gamme comprise entre 100 et 200N.

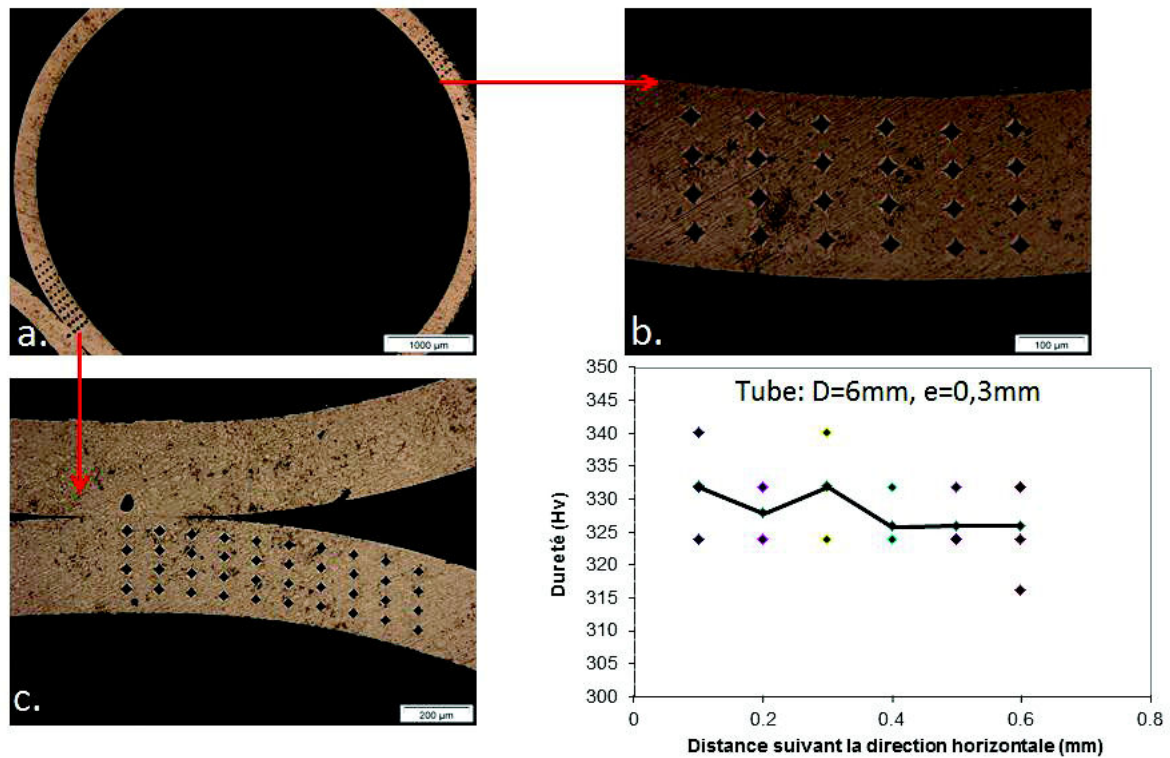


Figure 4.23 : La mesure de dureté du tube D=6mm, e=0,3mm.

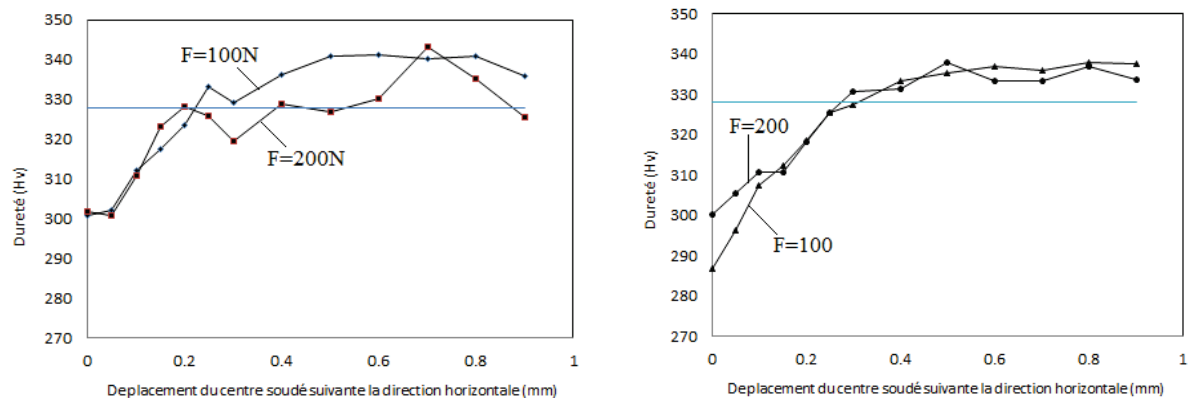


Figure 4.24: Influence de la force de contact F sur les mesures de dureté.

## 4.4.2. Influence du nombre de passes de soudage

### 4.4.2.1. Influence sur la résistance de la liaison soudée

Il a été mesuré dans la section 4.4.1 que pour des soudages effectués en une passe sur les tubes de type 2, de diamètre 6 et d'épaisseur 0,3mm, avec les paramètres  $E_{\text{tot}}=160\text{J}$ ,  $E_{\text{puls1}}=15\text{J}$ ,  $E_{\text{puls2}}=45\text{J}$ , la meilleure résistance par unité de longueur est de l'ordre de 50N/mm. Cette résistance est obtenue pour des forces de contact comprises entre 100 et 200N.

Nous avons étudié si le fait de répéter plusieurs fois le cycle de décharge, c.a.d à effectuer plusieurs passes, modifiait les résultats du soudage. La Figure 4.25.a représente les valeurs de la résistance à rupture de 3 séries de 3 échantillons en fonction du nombre de passes, avec les paramètres de soudage précédents et une force de contact de 100N. Une figure similaire (Figure 4.25.b) est tracée pour une force de contact de 200N.

Pour une force de contact de 100N, répéter 2 fois le soudage ne semble pas modifier la résistance, alors qu'il semble que faire une 3ème passe pourrait même la diminuer un peu. Ce résultat est confirmé par la Figure 4.25.b où le fait d'effectuer deux passes de soudage diminue fortement la résistance de la liaison.

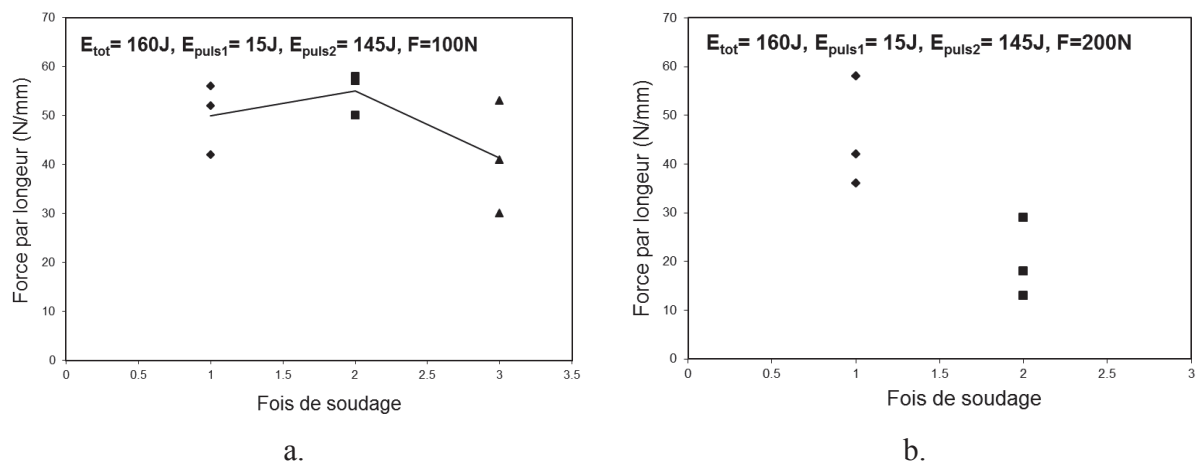


Figure 4.25: Influence du nombre de passes de soudage sur la résistance de la liaison; a. Force 100N ; b. Force 200N.

### 4.4.2.2. Effet sur les mesures de dureté

L'influence du nombre de passes de soudage sur la dureté de la liaison est représenté dans la figure 4.26. La Figure 4.26.a montre les courbes de dureté des liaisons sous force de contact de 100N pour 1, 2 et 3 passes de soudage. De même la Figure 4.26.b montre les courbes de dureté pour une force de contact 200N. Dans les 2 cas, les largeurs des zones soudées et des zones

affectées thermiquement augmentent avec le nombre de passes. Par exemple, pour la force de contact de 100N, la demi-largeur pour la ZAT est de l'ordre de 0,3mm pour 1 et 2 passes de soudage et de l'ordre de 0,5mm pour 3 passes.

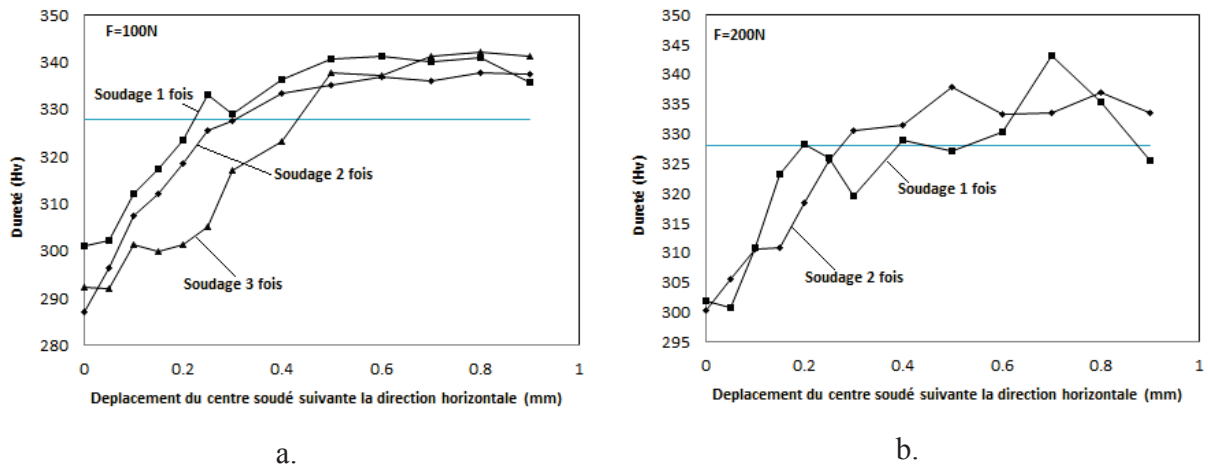


Figure 4.26: Influence du nombre de passes de soudage sur les mesures de dureté de la liaison; a. Force 100N ; b. Force 200N.

## 4.5. Conclusions

Les études présentées dans ce chapitre ont montré que la création de liaisons entre tubes par soudage par résistance électrique était faisable. Le dispositif mis au point au cours de cette thèse pour réaliser le soudage entre deux tubes conduit à des résultats raisonnablement répétitifs. Notre étude a nécessité de nombreux tests, car beaucoup de facteurs non maîtrisés influencent les résultats. Ainsi, nous n'avons pu contrôler la géométrie exacte des tubes qui présentent nécessairement des défauts de non-circularité, d'épaisseur non strictement constante, de cylindricité non parfaite. Dans la mesure du possible, tous les résultats obtenus ont été répétés 3 fois, au minimum. Nous sommes conscients que des résultats définitifs auraient nécessité des essais encore plus nombreux pour s'appuyer sur des données statistiques, mais ceci n'était pas réalisable dans le cadre de cette thèse.

Nous avons montré que pour des valeurs de paramètres de soudage qui doivent être déterminées par l'expérience en fonction du tube considéré, il était possible d'obtenir des assemblages de tubes dont le mode de rupture était la rupture de la paroi des tubes, à proximité du cordon de soudure. La microstructure de la liaison soudée comprend trois zones. Une première zone dite « zone soudée » (ZS) centrée sur la zone de contact entre les deux tubes est caractérisée par des grains assez gros, allongés et dirigés du centre de la soudure vers la



périphérie. Une deuxième zone, dite « zone affectée thermiquement » (ZAT) comporte des grains plus petits et sphériques. Une troisième zone est constituée du matériau initial. La composition des trois zones est identique, de type TiNi quasi-équiatomique. Les mesures de dureté ont permis de déterminer les largeurs des ZS et ZAT, en fonction des paramètres de soudage. Le traitement thermique de vieillissement effectué après le soudage n'améliore pas la résistance de la liaison, il a un effet d'homogénéisation qui a été mis en évidence par des mesures de DSC. Pour les deux types de tubes utilisés dans cette étude, les meilleures résistances en traction obtenues sont de 12N/mm pour le tube de type1, d'épaisseur 0,12 mm et de 50N/mm pour le tube de type 2, d'épaisseur 0,3mm.

Les paramètres de soudage à optimiser concernent tout d'abord l'énergie délivrée pendant la véritable étape de soudage (dans notre cas l'énergie du pulse 2), mais aussi la vitesse à laquelle cette énergie est délivrée. Dans le dispositif de soudage utilisé, cette vitesse est augmentée en augmentant l'énergie électrique stockée dans le soudeur avant soudage. Un autre paramètre important est la valeur de la force de contact, pour laquelle nous avons montré qu'il existait une plage optimale, qui est assez large. Si toutes les précautions sur les paramètres énergie et force de contact sont prises, le fait d'effectuer plusieurs passes ne conduit pas systématiquement à une amélioration des propriétés de la liaison.

En conclusion, il n'existe pas de règle simple pour optimiser les liaisons entre tubes par soudage électrique que notre dispositif permet de réaliser. Il existe encore un grand nombre d'études réalisables dans la continuité des travaux présentés ici, par exemple de voir si des traitements thermiques autres que celui utilisé ici pourrait conduire à des résistances meilleures des liaisons.

# Conclusions générales et perspectives

Une étude approfondie des liaisons créées entre des tubes ou des fils en alliage NiTi par frittage ou entre des tubes par soudage a été réalisée, dans la continuité des précédentes études réalisées aux laboratoires 3SR et SIMAP (Delobelle et al. 2012; Poillot et al. 2010). Nous avons notamment, dans ce travail de thèse, clarifié les propriétés des liaisons fabriquées par frittage et amélioré la technique de soudage pour obtenir des bonnes liaisons, que nous avons finement caractérisées en termes mécanique, métallurgique et microstructural. Les principaux résultats sont résumés ci-dessous.

## La réalisation et les propriétés de la liaison créée par frittage

- Une véritable liaison est créée à la température de 1200°C avec des durées de frittage de 1 heure pour les fils et 2 heures pour les tubes, respectivement, lorsque la plus grande charge possible avec notre dispositif est appliquée.
- La zone de liaison comprend différentes phases arrangées de façon complexe. Pour les tubes, une phase supposée être  $Ti_2NiO$  et une autre phase indéterminée qui a une haute teneur en Ti sont apparues. Les surfaces du tube loin de la zone de contact ont également subi une transformation conduisant à la formation de  $Ti_2NiO$ .
- L'influence du temps et de la température de frittage sur la composition et la microstructure de la zone frittée a été étudiée. Un traitement thermique à 900°C homogénéise la composition des tubes mais la phase  $Ti_2NiO$  reste présente dans différentes zones.
- Des problèmes d'interaction entre TiNi et alumine se sont produits dans les deux cas (tubes et fils) : dans le premier cas, soudage entre les tubes et les noyaux d'alumine et dans le second, soudage entre les fils et les plaques support.
- La pression pendant le frittage joue un rôle important dans la croissance de la liaison et la réduction de la formation de phases néfastes parce qu'elle détermine le nombre des points de contacts locaux. Malheureusement nous ne pouvons pas dépasser 3,5 N avec notre dilatomètre.

## La réalisation et les propriétés de la liaison entre tubes créée par soudage

- Après plusieurs modifications du dispositif de soudage (électrodes, fixation des tubes), notre machine de soudage à deux impulsions s'est avérée capable de créer, avec une bonne répétitivité, des liaisons de bonne qualité entre des tubes.

- Les meilleures résistances en traction des liaisons soudées sont 12N/mm pour le tube de type 1, d'épaisseur 0,12 mm et 50N/mm pour le tube de type 2, d'épaisseur 0,3mm. La rupture se produit dans la paroi des tubes, à proximité du cordon de soudure.
- La microstructure de la liaison soudée comprend trois zones: zone soudée (ZS), zone affectée thermiquement (ZAT), zone de matériau initial. La zone soudée, au centre sur la zone de contact entre les deux tubes, est caractérisée par des grains assez gros, allongés et dirigés du centre de la soudure vers la périphérie. La zone affectée thermiquement comporte des grains plus petits et sphériques. La composition des trois zones est identique, de type TiNi quasi-équiatomique.
- Les mesures de dureté ont permis de déterminer les largeurs des ZS et ZAT en fonction des paramètres de soudage.
- Le traitement thermique de vieillissement effectué après le soudage n'améliore pas la résistance de la liaison mais il a un effet d'homogénéisation qui a été mis en évidence par des mesures de DSC.
- L'énergie de soudage totale a un effet important sur la résistance en traction de la liaison. Sa réduction conduit à la diminution de cette résistance. L'énergie du pulse 2 n'a pas d'effet sur la résistance de la liaison mais sa diminution conduit à une réduction de la ZAT. Une variation de l'énergie n'affecte pas la microstructure dans la liaison.
- La force de contact appliquée pendant le soudage joue aussi un rôle important sur la qualité de liaison ; nous avons montré qu'il existait une plage relativement large.
- Si toutes les précautions sur les paramètres énergie et force de contact sont prises, le fait d'effectuer de multiples passes de soudage ne conduit pas systématiquement à une amélioration des propriétés de la liaison. Par exemple, la meilleure liaison a été obtenue après 2 passes sous la charge 100N avec l'énergie maximale 160J.

## **Perspectives**

### **Amélioration des expériences de frittage avec une charge plus élevée**

Une raison pour laquelle nous avons abandonné la technique de frittage est la limitation de la charge appliquée. Son augmentation pourrait conduire à la diminution de la température et de la durée de frittage et donc empêcher la formation de phases néfastes.

### **Travaux à effectuer pour les liaisons par soudage.**

Les expériences de soudage ont été effectuées seulement sur des tubes de 5 mm de longueur. Notre travail a porté sur la caractérisation microstructurale et la tenue mécanique des liaisons, et nous nous sommes restreints à étudier la liaison entre 2 tubes. Le dispositif actuel permet de

fabriquer des empilements simples tels que représentés ci-dessous :

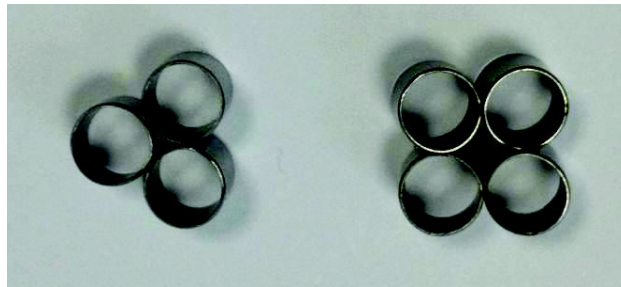


Figure 5.1: Structure de triangle et de carré.

Avec le dispositif actuel, il est possible de fabriquer des premiers empilements plus compliqués tels que ceux représentés ci-dessous (Marcadon et al. 2012), en utilisant des tubes en Inconel 600.



Figure 5.2: Structure des tubes creux empilements.

Néanmoins, le dispositif actuel ne peut être utilisé que pour des études de laboratoire, telles que celles que nous avons menées. A plus long terme, des dispositifs de type « laminoirs électriques » tels que celui représenté dans la figure ci-dessous permettrait de lier deux tubes de grandes longueurs.

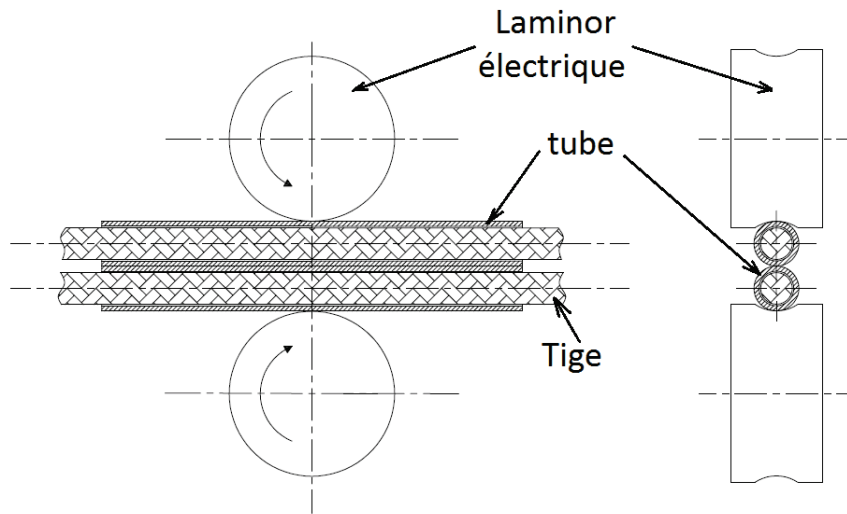


Figure 5.3: Création d'une liaison entre tubes par laminoirs électriques.

### Soudage d'arrangements des tubes

Le principe que nous avons mis en place dans cette thèse devrait pouvoir se généraliser à un nombre plus important de tubes pour générer des matériaux cellulaires. La figure 5.2 illustre par exemple, un arrangement de 4 tubes, en deux étapes.

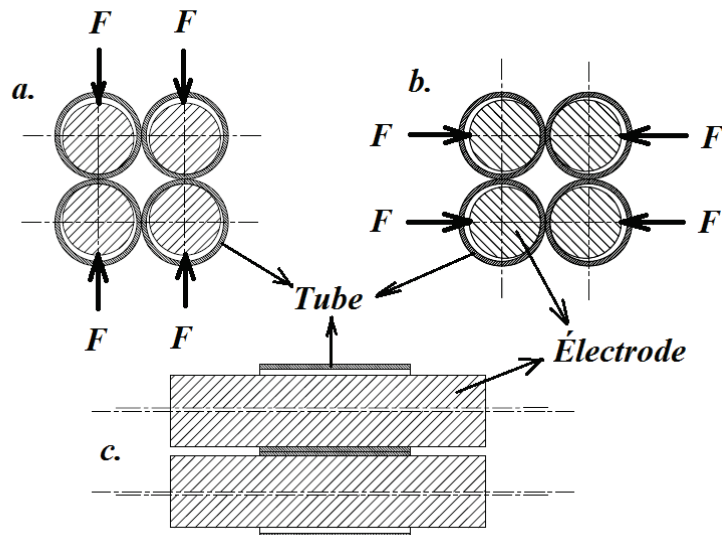


Figure 5.4: Création de deux liaisons dans un empilement de 4 tubes ; a. Etape 1 ; b. Etape 2 ; c. vue transverse.

## Références

Ageorges C., Ye L., Hou M. (2000), “Experimental Investigation of the Resistance Welding for Thermoplastic-Matrix Composites. Part I: Heating Element and Heat Transfer”, *Composites Science and Technology* 60 (7): 1027–39. doi:10.1016/S0266-3538(00)00005-1.

Agrafiotis C.C., Mavroidis I., Konstandopoulos A.G., Hoffschmidt B., Stobbe P., Romero M., Fernandez-Quero V. (2007), “Evaluation of Porous Silicon Carbide Monolithic Honeycombs as Volumetric Receivers/collectors of Concentrated Solar Radiation”, *Solar Energy Materials and Solar Cells* 91 (6): 474–88. doi:10.1016/j.solmat.2006.10.021.

Almeida C.R., Serra T., Oliveira M.I., Planell J.A., Barbosa M.A., Navarro M. (2013), “Impact of 3-D Printed PLA- and Chitosan-Based Scaffolds on Human Monocyte/macrophage Responses: Unraveling the Effect of 3-D Structures on Inflammation”, *Acta Biomaterialia*. doi:10.1016/j.actbio.2013.10.035.

Alonso T. (2014), “Vers Une Aiguille Instrumentee Intelligente”, PhD thesis, University of Grenoble. <http://www.theses.fr/s96736>.

Amsterdam E., de Vries J.H.B., de Hosson J.Th.M., Onck P.R. (2008), “The Influence of Strain-Induced Damage on the Mechanical Response of Open-Cell Aluminum Foam”, *Acta Materialia* 56 (3): 609–18. doi:10.1016/j.actamat.2007.10.034.

Ashby M. (2013), “Designing Architected Materials”, *Scripta Materialia* 68 (1): 4–7. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.04.033.

Aslanlar S., Ogur A., Ozsarac U., Ilhan E. (2008), “Welding Time Effect on Mechanical Properties of Automotive Sheets in Electrical Resistance Spot Welding”, *Materials & Design* 29 (7): 1427–31. doi:10.1016/j.matdes.2007.09.004.

Aydoğmuş T., Bor S. (2009), “Processing of Porous TiNi Alloys Using Magnesium as Space Holder”, *Journal of Alloys and Compounds* 478 (1–2): 705–10. doi:10.1016/j.jallcom.2008.11.141.



Banhart J. (2001), “Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams”, *Progress in Materials Science* 46 (6): 559–632. doi:10.1016/S0079-6425(00)00002-5.

Bansiddhi A., Sargeant T.D., Stupp S.I., Dunand D.C. (2008), “Porous NiTi for bone implants: A review”, *Acta Biomaterialia*, 4-4, 773-782.

Bataev I.A., Bataev A.A., Mali V.I., Pavliukova D.V. (2012) “Structural and Mechanical Properties of Metallic–intermetallic Laminate Composites Produced by Explosive Welding and Annealing”, *Materials & Design* 35: 225–34. doi:10.1016/j.matdes.2011.09.030.

Bernache-Assollant D., and Bonnet, J.P. (200), “Frittage: Aspects Physico-chimiques Partie 1: Frittage En Phase Solide”, *Techniques de L’ingénieur. Sciences Fondamentales AFP4 (AF6620)*. <http://hal-emse.ccsd.cnrs.fr/emse-00497555>.

Birman V. (1997), “Review of Mechanics of Shape Memory Alloy Structures”, *Applied Mechanics Reviews* 50 (11): 629–45.

Blandin J.J., Gravier S., Suéry M. (2009), “Multi Matériaux Verres Métalliques / Alliages Conventionnels”, laboratoire SIMAP, Université de Grenoble.

Bordia R.K., Camacho-Montes H. (2012) “Sintering: Fundamentals and Practice”, In *Ceramics and Composites Processing Methods*, edited by Narottam P. Bansal and Aldo R. Boccaccini, 1–42. John Wiley & Sons, Inc. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781118176665.ch1/summary>.

Bormann T., Schulz G., Deyhle H., Beckmann F., de Wild M., Küffer J., Münch C., Hoffmann C., Müller B. (2013), “Combining Micro-Computed Tomography and Three-Dimensional Registration to Evaluate Local Strains in Shape Memory Scaffolds”, *Acta Biomaterialia*. doi:10.1016/j.actbio.2013.11.007. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1742706113005631>.

Brechet Y. & Embury J.D. (2013), “Architected Materials: Expanding Materials Space”, *Scripta Materialia* 68 (1): 1–3. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.07.038.

Bregiroux D. (2005), "Synthèse par voie solide et frittage de céramiques à structure monazite: application au conditionnement des actinides mineurs", PhD thesis, Université de Limoges.

Accessed July 21. <http://epublications.unilim.fr/theses/index.php?id=5014>.

Buehler W. J. 1963. “Effect of Low-Temperature Phase Changes on the Mechanical Properties of Alloys near Composition TiNi”, *Journal of Applied Physics* 34: 1475–77.

Butler J., Tiernan P., Gandhi A.A., McNamara K., Tofail S.a.M. (2011), “Production of Nitinol Wire from Elemental Nickel and Titanium Powders Through Spark Plasma Sintering and Extrusion”, *Journal of Materials Engineering and Performance* 20 (4-5): 757–61. doi:10.1007/s11665-011-9837-z.

Chan C. W. & Man H. C. (2013), “Reduction of Environmentally Induced Cracking of Laser-Welded Shape Memory NiTi Wires via Post-Weld Heat-Treatment”, *Materials Science and Engineering: A* 588 (December): 388–94. doi:10.1016/j.msea.2013.09.051.

Chawla N., Williams J.J., Saha R. (2002), “Mechanical Behavior and Microstructure Characterization of Sinter-Forged SiC Particle Reinforced Aluminum Matrix Composites”, *Journal of Light Metals* 2 (4): 215–27. doi:10.1016/S1471-5317(03)00005-1.

Chen J. Z. (2005), “Fundamental Studies for Development of Real-Time Model-Based Feedback Control with Model Adaptation for Small Scale Resistance Spot Welding”, PhD thesis, The Ohio State University. [https://etd.ohiolink.edu/ap/10?0::NO:10:P10\\_ETD\\_SUBID:63673](https://etd.ohiolink.edu/ap/10?0::NO:10:P10_ETD_SUBID:63673).

Cheng, F. T, P Shi, and H. C Man. 2001. “Correlation of Cavitation Erosion Resistance with Indentation-Derived Properties for a NiTi Alloy.” *Scripta Materialia* 45 (9): 1083–89. doi:10.1016/S1359-6462(01)01143-5.

Delobelle V., Delobelle P., Liu Y., Favier D., Louche H.(2013), “Resistance Welding of NiTi Shape Memory Alloy Tubes”, *Journal of Materials Processing Technology* 213 (7): 1139–45. doi:10.1016/j.jmatprotec.2013.01.013.

Deng X., Cleveland C., Chawla N., Karcher T., Koopman M., Chawla K. K. (2005), “Nanoindentation Behavior of Nanolayered Metal-Ceramic Composites”, *Journal of Materials Engineering and Performance* 14 (4): 417–23. doi:10.1361/105994905X56115.

Djangang C.N., Elimbi A., Melo U.C., Lecomte G.L., Nkoumbou C., Soro J., Bonnet J.P., Blanchart P., Njopwouo D. (2008), “Sintering of Clay-Chamotte Ceramic Composites for

Refractory Bricks”, *Ceramics International* 34 (5): 1207–13. doi:10.1016/j.ceramint.2007.02.012.

Dong X., Liu J.C., Hao R.H., Guo A.R., Hou Z.G., Liu M.X. (2013), “High-Temperature Elasticity of Fibrous Ceramics with a Bird’s Nest Structure”, *Journal of the European Ceramic Society* 33 (15–16): 3477–81. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2013.06.015.

Dubé M., Hubert P., Yousefpour A., Denault J. (2007), “Resistance Welding of Thermoplastic Composites Skin/stringer Joints”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38 (12): 2541–52. doi:10.1016/j.compositesa.2007.07.014.

Ducheyne P., Martens M. (1986a), “Orderly Oriented Wire Meshes as Porous Coatings on Orthopaedic Implants II: The Pore Size, Interfacial Bonding and Microstructure after Pressure Sintering of Titanium OOWM”, *Clinical Materials* 1 (2): 91–98. doi:10.1016/S0267-6605(86)80041-5.

Ducheyne P., Martens M. (1986b), “Orderly Oriented Wire Meshes as Porous Coatings on Orthopaedic Implants I: Morphology”, *Clinical Materials* 1 (1): 59–67. doi:10.1016/S0267-6605(86)80062-2.

Blanquet E., Dutron A. M. (1997) “ Evaluation of LPCVD Me-Si-N (Me=Ta, Ti, W, Re) diffusion barriers for Cu metallizations ”, *Microelectronic Engineering*: 189–95. doi:10.1016/S0167-9317(97)00111-1.

Exner H. E., Arzt E. (1990), “Sintering Processes”, In *Sintering Key Papers*, edited by Shigeyuki Sōmiya and Yusuke Moriyoshi, 157–84. Springer Netherlands. [http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-94-009-0741-6\\_10](http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-94-009-0741-6_10).

Favier D., Liu Y., Orgéas L., Sandel A., Debove L., Comte-Gaz P. (2006), “Influence of Thermomechanical Processing on the Superelastic Properties of a Ni-Rich Nitinol Shape Memory Alloy”, *Materials Science and Engineering: A* 429 (1–2): 130–36. doi:10.1016/j.msea.2006.05.018.

Galuppi L. (2010), “Effects of the Laplace Pressure during Sintering of Cylindrical Specimens”. Phd thesis, University of Trento. <http://eprints-phd.biblio.unitn.it/341/>.

Gillia O., Josserond C., Bouvard D. 2001. “Viscosity of WC–Co Compacts during Sintering”, *Acta Materialia* 49 (8): 1413–20. doi:10.1016/S1359-6454(01)00042-8.

Greiner C., Oppenheimer S.M., Dunand D.C. (2005), “High Strength, Low Stiffness, Porous NiTi with Superelastic Properties”, *Acta Biomaterialia* 1 (6): 705–16. doi:10.1016/j.actbio.2005.07.005.

Hayat F. (2011), “The Effects of the Welding Current on Heat Input, Nugget Geometry, and the Mechanical and Fractural Properties of Resistance Spot Welding on Mg/Al Dissimilar Materials”, *Materials & Design* 32 (4): 2476–84. doi:10.1016/j.matdes.2010.11.015.

Hou B. (2011), “Dynamic Enhancement and Multi-Axial Behavior of Honeycombs under Combined Shear-Compression”, PhD thesis, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, France.

Jacobsen A.J., Barvosa-Carter W., Nutt S. (2007), “Compression Behavior of Micro-Scale Truss Structures Formed from Self-Propagating Polymer Waveguides”, *Acta Materialia* 55 (20): 6724–33. doi:10.1016/j.actamat.2007.08.036.

Jacobsen A.J., Barvosa-Carter W., Nutt S. (2008), “Micro-Scale Truss Structures with Three-Fold and Six-Fold Symmetry Formed from Self-Propagating Polymer Waveguides”, *Acta Materialia* 56 (11): 2540–48. doi:10.1016/j.actamat.2008.01.051.

Jeffus Larry F. (2012), *Welding Principles and Applications*. Clifton Park, N.Y.: Delmar Cengage Learning.

Jinnapat A., Kennedy A. (2012), “Characterisation and Mechanical Testing of Open Cell Al Foams Manufactured by Molten Metal Infiltration of Porous Salt Bead Preforms: Effect of Bead Size”, *Metals* 2 (2): 122–35. doi:10.3390/met2020122.

Kahraman N. (2007), “The Influence of Welding Parameters on the Joint Strength of Resistance Spot-Welded Titanium Sheets”, *Materials & Design* 28 (2): 420–27. doi:10.1016/j.matdes.2005.09.010.

Kaiser J. G., Dunn G. J, Eagar T. W. (1982), “Effect of Electrical Resistance on Nugget Formation during Spot Welding”, *Welding journal*, June, 167–74.

Kauffman G.B., Mayo I. (1997), “The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications”, *The Chemical Educator* 2 (2): 1–21. doi:10.1007/s00897970111a.

Kim C.J., Kim K.B., Kuk I.H., Hong G.W, Park S.C, Yang S.W, Shin H.S. (1997) “Fabrication and Properties of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>Ag Composite Superconducting Wires by Plastic Extrusion Technique,” *Journal of Materials Science* 32 (19): 5233–42. doi:10.1023/A:1018646223426.

Knight T.W., Anghaie S. (2002), “Processing and Fabrication of Mixed Uranium/refractory Metal Carbide Fuels with Liquid-Phase Sintering”, *Journal of Nuclear Materials* 306 (1): 54–60. doi:10.1016/S0022-3115(02)01143-1.

Kong. J.P., Han T. K., Chin K. G., Park B. G., Kang C. Y. (2014), “Effect of Boron Content and Welding Current on the Mechanical Properties of Electrical Resistance Spot Welds in Complex-Phase Steels”, *Materials & Design* 54 (February): 598–609. doi:10.1016/j.matdes.2013.08.098.

Kromm F.X., Quenisset J.M., Lorriot T., Harry R., Wargnier H. (2007), “Definition of a Multimaterials Design Method,” *Materials & Design* 28 (10): 2641–46. doi:10.1016/j.matdes.2006.09.019.

Kumar P. K., Lagoudas D.C. (2008) “Introduction to Shape Memory Alloys”, In *Shape Memory Alloys*, 1–51. 1. Springer US. [http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-0-387-47685-8\\_1](http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-0-387-47685-8_1).

Lagoudas D.C. (2008). “Shape Memory Alloys - Modeling and Engineering Applications”. Springer US, ISBN 978-0-387-47685-8.

Laeng J. (2010), *Synthesis of Novel Structured NiTi*. PhD thesis, University of Western Australia. [http://repository.uwa.edu.au:80/R/-?func=dbin-jump-full&object\\_id=13126&silo\\_library=GEN01](http://repository.uwa.edu.au:80/R/-?func=dbin-jump-full&object_id=13126&silo_library=GEN01).

Liang B., Suzuki T., Hamamoto K., Yamaguchi T., Fujishiro Y., Awano M., Ingram B.J., Cater J.D. (2011) “Investigation of Shrinkage Behavior of Ni–Fe Bimetallic Anode Tube Support and the Densification of Electrolyte Using Co-Sintering Temperature”, *Journal of Power Sources* 196 (22): 9124–29. doi:10.1016/j.jpowsour.2011.05.039.

Linardon C., Favier D., Chagnon G., Gruez B.. 2014. “A Conical Mandrel Tube Drawing Test Designed to Assess Failure Criteria”, *Journal of Materials Processing Technology* 214 (2): 347–57. doi:10.1016/j.jmatprotec.2013.09.021.

Liu P., He G., Wu L.H. (2009), “Impact Behavior of Entangled Steel Wire Material”, *Materials Characterization* 60 (8): 900–906. doi:10.1016/j.matchar.2009.03.001.

Liu P., He G., Wu L.H. (2008), “Fabrication of Sintered Steel Wire Mesh and Its Compressive Properties”, *Materials Science and Engineering: A* 489 (1–2): 21–28. doi:10.1016/j.msea.2007.11.060.

Liu R. Z., Wang S.R., Huang B., Zhao C.H., Li J.L., Wang Z.R., Wen Z.Y., Wen T.L. (2009), “Dip-Coating and Co-Sintering Technologies for Fabricating Tubular Solid Oxide Fuel Cells”, *Journal of Solid State Electrochemistry* 13 (12): 1905–11. doi:10.1007/s10008-008-0752-7.

Mabe J., Calkins F., Butler G. (2006), “Boeing’s Variable Geometry Chevron, Morphing Aerostructure for Jet Noise Reduction”, In *American Institute of Aeronautics and Astronautics*. doi:10.2514/6.2006-2142. <http://arc.aiaa.org/doi/abs/10.2514/6.2006-2142>.

Machado L. G., Savi M. A. (2003), “Medical Applications of Shape Memory Alloys”, *Brazilian Journal of Medical and Biological Research* 36 (6): 683–91. doi:10.1590/S0100-879X2003000600001.

Makhanlall D., Wang G., Huang Y. J., Liu D. F., Shen J. (2012), “Joining of Ti-Based Bulk Metallic Glasses Using Resistance Spot Welding Technology”, *Journal of Materials Processing Technology* 212 (8): 1790–95. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.03.020.

Marcadon V., Davoine C., Passilly B., Boivin D., Popoff F., Rafray A., Kruch S. (2012), “Mechanical Behaviour of Hollow-Tube Stackings: Experimental Characterization and Modelling of the Role of Their Constitutive Material Behaviour”, *Acta Materialia* 60 (15): 5626–44. doi:10.1016/j.actamat.2012.06.045.

Massalski T. B., Okamoto H. (1990), *Binary Alloy Phase Diagrams*. Materials Park, Ohio: ASM International.

Massalski T.B. 2007. *Binary Alloy Phase Diagrams*. Materials Park, Ohio: ASM International.



Masse, J.p., Barbier C., Salvo L., Bréchet Y., Bouaziz O., Bouvard D. (2013) “Mechanical and Structural Characterization of Nonsintered and Sintered Steel Wools by X-Ray Tomography: Description of the Techniques and Validation on Virtual Materials”, *Journal of Materials Research* 28 (20): 2852–60. doi:10.1557/jmr.2013.280.

Miyazaki S., Fu Y.Q., Huang W.M. (2009), *Thin Film Shape Memory Alloys: Fundamentals and Device Applications*, Cambridge, UK; New York: Cambridge University Press.

Morgan N.B. (2004), “Medical Shape Memory Alloy Applications—the Market and Its Products”, *Materials Science and Engineering: A* 378 (1–2): 16–23. doi:10.1016/j.msea.2003.10.326.

Nishida M., Wayman C. M., Honma T. (1986), “Precipitation Processes in near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys”, *Metallurgical Transactions A* 17 (9): 1505–15. doi:10.1007/BF02650086.

Nishikawa M., Tanaka H., Kohda M., Nagaura T., Watanabe K. (1982), “Behaviour of welded part of Ti-Ni shape memory alloy”, *Le Journal de Physique Colloques* 43 (C4): C4–839–C4–844. doi:10.1051/jphyscol:19824138.

Olmos L. 2009. “Etude Du Frittage de Poudres Par Microtomographie in Situ et Modélisation Discrète”, PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG. <http://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00521859>.

Ortona A., D’Angelo C., Gianella S., Gaia D. (2012), “Cellular Ceramics Produced by Rapid Prototyping and Replication”, *Materials Letters* 80: 95–98. doi:10.1016/j.matlet.2012.04.050.

Oruganti R.K., Ghosh A.K. 2007. “Fabrication of Nickel Honeycombs”, *Acta Materialia* 55 (18): 6074–83. doi:10.1016/j.actamat.2007.07.031.

Otsuka K., Ren X. (2005), “Physical Metallurgy of Ti–Ni-Based Shape Memory Alloys”, *Progress in Materials Science* 50 (5): 511–678. doi:10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.

Otsuka, K., Wayman C. M. (1999), *Shape Memory Materials*. Cambridge University Press.

Palengat M., Chagnon G., Favier D., Louche H., Linardon C., Plaideau C. (2013), “Cold Drawing of 316L Stainless Steel Thin-Walled Tubes: Experiments and Finite Element Analysis”, *International Journal of Mechanical Sciences* 70 (May): 69–78. doi:10.1016/j.ijmecsci.2013.02.003.

Pelton A. R., Dicello J, Miyazaki S. (2000), “Optimisation of Processing and Properties of Medical Grade Nitinol Wire.” *Min Invas Ther & Allied Technol*, 107–18.

Poillot X. (2010), "Joining Nickel-Titanium Elements with a View to Fabricating Architected Materials", Master thesis, Université de Grenoble.

Ragani, J., Volland A., Valque S., Liu Y., Gravier S., Blandin J. J., Suéry M. (2010), “Using Thermoforming Capacity of Metallic Glasses to Produce Multimaterials”, *Journal of Alloys and Compounds* 504, Supplement 1: S267–S270. doi:10.1016/j.jallcom.2010.03.210.

Raoelison R., Fuentes A., Rogeon Ph., Carré P., Loulou T., Carron D., Dechalotte F. (2012), “Contact Conditions on Nugget Development during Resistance Spot Welding of Zn Coated Steel Sheets Using Rounded Tip Electrodes”, *Journal of Materials Processing Technology* 212 (8): 1663–69. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.03.009.

Roy S., Nataraj B.R., Suwas S., Kumar S., Chattopadhyay K. (2012), “Accumulative Roll Bonding of Aluminum Alloys 2219/5086 Laminates: Microstructural Evolution and Tensile Properties”, *Materials & Design* 36: 529–39. doi:10.1016/j.matdes.2011.11.015.

Sanders B., Crowe R., Garcia E. (2004), “Defense Advanced Research Projects Agency – Smart Materials and Structures Demonstration Program Overview”, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 15 (4): 227–33. doi:10.1177/1045389X04042793.

Sevilla, P., Martorell F., Libenson C., Planell J. A., Gil F. J. (2008), “Laser Welding of NiTi Orthodontic Archwires for Selective Force Application”, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 19 (2): 525–29. doi:10.1007/s10856-007-0164-8.

Shaw J.A., Grummon D.S., Foltz J.. (2007), “Superelastic NiTi Honeycombs: Fabrication and Experiments”, *Smart Materials and Structures* 16 (1): S170. doi:10.1088/0964-1726/16/1/S17.

Shearwood C., Fu Y.Q., Yu L., Khor K.A. 2005. “Spark Plasma Sintering of TiNi Nano-

Powder”, *Scripta Materialia* 52 (6): 455–60. doi:10.1016/j.scriptamat.2004.11.010.

Shishkovsky I., Yadroitsev I., Smurov I. (2012), “Direct Selective Laser Melting of Nitinol Powder”, *Physics Procedia* 39: 447–54. doi:10.1016/j.phpro.2012.10.060.

Skorokhod V.V. (1996), “Development of the Ideas of Ya. I. Frenkel’ in the Contemporary Rheological Theory of Sintering”, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 34 (9-10): 521–27. doi:10.1007/BF00559961.

Tam B. (2010), “Micro-Welding of Nitinol Shape Memory Alloy”, April. <https://uwspace.uwaterloo.ca/handle/10012/5147>.

Tan B., Venkatakrishnan K. (2006), “A Femtosecond Laser-Induced Periodical Surface Structure on Crystalline Silicon”, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 16 (5): 1080. doi:10.1088/0960-1317/16/5/029.

Tang C.Y., Zhang L.N, Wong C.T., Chan K.C., Yue T.M. (2011), “Fabrication and Characteristics of Porous NiTi Shape Memory Alloy Synthesized by Microwave Sintering”, *Materials Science and Engineering: A* 528 (18): 6006–11. doi:10.1016/j.msea.2011.04.040.

Tang W. (1997), “Thermodynamic Study of the Low-Temperature Phase B19’ and the Martensitic Transformation in near-Equiatomic Ti-Ni Shape Memory Alloys”, *Metallurgical and Materials Transactions A* 28 (3): 537–44. doi:10.1007/s11661-997-0041-6.

Ten Elshof J.E., Khan S.U, Göbel O.F. (2010), “Micrometer and Nanometer-Scale Parallel Patterning of Ceramic and Organic–inorganic Hybrid Materials”, *Journal of the European Ceramic Society* 30 (7): 1555–77. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2010.01.016.

Tissot F. (2013), “FE Modeling of NiTi Elastomeric Composites for Use As Biomaterials”, In *Asm*. <https://asm.confex.com/asm/sms13/webprogram/Paper33736.html>.

Tiwari D., Basu B., Biswas K. (2009), “Simulation of Thermal and Electric Field Evolution during Spark Plasma Sintering”, *Ceramics International* 35 (2): 699–708. doi:10.1016/j.ceramint.2008.02.013.

Umar A., Kim S.H., Kim J.H., Hahn Y.B. (2008), “Structural and Optical Properties of ZnO

Nanostructures Grown on Silicon Substrate by Thermal Evaporation Process”, *Materials Letters* 62 (1): 167–71. doi:10.1016/j.matlet.2007.04.098.

Uwaba T., Yano Y., Ito M. (2012), “Resistance Spot Weldability of 11Cr–ferritic/martensitic Steel Sheets”, *Journal of Nuclear Materials* 421 (1–3): 132–39. doi:10.1016/j.jnucmat.2011.12.002.

Van Humbeeck J. (1999), “Non-medical applications of shape memory alloys”, *Materials Science and Engineering A*, 273-275, 134-148.

Vincent D. (2012), “Contribution À L’étude Thermomécanique Des Alliages À Mémoire de Forme NiTi et À La Réalisation Par Soudage de Matériaux Architecturés NiTi”, PhD thesis, Université de Grenoble.

Vogler M., Sheppard S. (1993) “Electrical Contact Resistance under High Loads and Elevated Temperatures”, *June*, 231–38.

Vural M., Akkuş A., Eryürek B. (2006) “Effect of Welding Nugget Diameter on the Fatigue Strength of the Resistance Spot Welded Joints of Different Steel Sheets”, *Journal of Materials Processing Technology* 176 (1–3): 127–32. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.02.026.

Wang C.J., Huang C.Y., Wu Y.C. (2009), “Two-Step Sintering of Fine Alumina–zirconia Ceramics”, *Ceramics International* 35 (4): 1467–72. doi:10.1016/j.ceramint.2008.08.001.

Wargnier H., Kromm F.X., Danis M., Brechet Y. (2013), “Proposal for a Multi-Material Design Procedure”, *Materials & Design*. doi:10.1016/j.matdes.2013.11.004.

Willander M., Nur O., Bano N., Sultana K. (2009), “Zinc Oxide Nanorod-Based Heterostructures on Solid and Soft Substrates for White-Light-Emitting Diode Applications”, *New Journal of Physics* 11 (12): 125020. doi:10.1088/1367-2630/11/12/125020.

Xu D.W., Graugnard E. (2004), “Large-Scale Fabrication of Ordered Nanobowl Arrays”, *Nano Letters - NANO LETT*. doi:10.1021/nl048589d.

Xu H.L., Feng Y., Xu Z., Li C.S., Yan G., Mossang E., Sulpice A. (2005), “Effect of Sintering Temperature on Properties of MgB<sub>2</sub> Wire Sheathed by Low Carbon Steel Tube”, *Physica C*:

Superconductivity 419 (3–4): 94–100. doi:10.1016/j.physc.2005.01.004.

Yang S.K., Kim H.S., Lee C.S.J. (2013), “Investigation of Shrinkage Control in Ni–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Metal–Ceramic) Functionally Graded Materials”, *Ceramics International* 39 (1): 93–99. doi:10.1016/j.ceramint.2012.05.100.

Yoneyama T., Miyazaki S. (2008), “Shape Memory Alloys for Biomedical Applications”, Woodhead Publishing Ltd, Edited by T Yoneyama and S Miyazaki, Nov 2008, 322 pages.

Yuan B., Chung C.Y., Zhu M. (2004), “Microstructure and Martensitic Transformation Behavior of Porous NiTi Shape Memory Alloy Prepared by Hot Isostatic Pressing Processing”, *Materials Science and Engineering: A* 382 (1–2): 181–87. doi:10.1016/j.msea.2004.04.068.

Zhao D., Wang Y. X., Sheng S. N., Lin Z. G. (2013), “Real Time Monitoring Weld Quality of Small Scale Resistance Spot Welding for Titanium Alloy.” *Measurement* 46 (6): 1957–63. doi:10.1016/j.measurement.2013.02.018.